



TUGAS AKHIR- TL141584

**PENGARUH VARIASI TEMPERATUR
KALSINASI PADA SINTESA LITHIUM MANGAN
OKSIDA DENGAN RASIO MOL Li/Mn 0,8
TERHADAP KEMAMPUAN ADSORPSI LITHIUM
LUMPUR SIDOARJO**

WAHYU PERDANA KISTIYANTO
NRP 2712100075

Dosen Pembimbing
Lukman Noerochim, S.T., M.Sc.Eng., Ph.D
Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si

**JURUSAN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2016**

“Halaman ini sengaja dikosongkan”



FINAL PROJECT – TL141584

**THE EFFECT OF TEMPERATURE VARIATION AT
SYNTHESIS LITHIUM MANGAN OKSIDE WITH
MOL RATIO Li/Mn 0,8 ON THE LITHIUM
ADSORPTION CAPABILITY FROM SIDOARJO
MUD**

WAHYU PERDANA KISTIYANTO
NRP 2712100075

Supervisor
Lukman Noerochim, S.T., M.Sc.Eng., Ph.D
Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si

**MATERIALS AND METALLURGICAL
ENGINEERING
FACULTY OF INDUSTRIAL TECHNOLOGY
SEPULUH NOPEMBER INSTITUTE OF
TECHNOLOGY
SURABAYA
2016**



“Halaman ini sengaja dikosongkan”

**Pengaruh Variasi Temperatur Kalsinasi Pada Sintesa
Lithium Mangan Oksida Dengan Rasio Mol Li/Mn 0,8
Terhadap Kemampuan Adsorpsi Lithium Lumpur
Sidoarjo**

TUGAS AKHIR

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Teknik
pada

Bidang Studi Material Inovatif
Program Studi S-1 Jurusan Teknik Material dan Metalurgi
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :

Wahyu Perdana Kistiyanto
NRP 2712 100 075

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

1. Dr. Lukman N., S.T., M.Sc.Eng. (Pembimbing I)

2. Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si. (Pembimbing II)



**Pengaruh Variasi Temperatur Kalsinasi Pada Sintesa
Lithium Mangan Oksida Dengan Rasio Mol Li/Mn 0,8
Terhadap Kemampuan Adsorpsi Lithium Lumpur Sidoarjo**

Nama Mahasiswa : Wahyu Perdana Kistiyanto
NRP : 2712 100 075
Jurusan : Teknik Material dan Metalurgi
Dosen Pembimbing : Dr. Lukman N., S.T., M.Sc.Eng
Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si

Abstrak

Indonesia kaya dengan sumber daya mineral dan alamnya. Di Indonesia terdapat geothermal fluid yaitu Lumpur Sidoarjo, yang menurut ilmuwan dari Jepang, Prof. Wataru Tanikawa, Lumpur Sidoarjo mengandung unsur Lithium yang besar dan dapat dimanfaatkan sebagai baterai. Dari berbagai macam metode ekstraksi yang ada dipilih ialah metode adsorpsi dengan Lithium Mangan Oksida Spinel sebagai adsorben. Proses sintesis lithium mangan oksida dengan metode solid state reaction dengan ratio mol Li/Mn adalah 0,8. Serbuk adsorben dikompaksi dengan tekanan 4,358 kN/mm untuk membentuk pellet LMO. Kemudian pellet LMO dikalsinasi dengan variasi temperatur 500°C, 600 °C dan 700 °C. untuk mengeluarkan Lithium dari adsorben dilakukan acid treatment didalam 1Liter HCL 0,5M selama 24jam. Setelah itu untuk proses adsorpsi Lithium, adsorben LMO dimasukkan ke 1Liter Lumpur Sidoarjo selama 24jam. Karakterisasi yang dilakukan meliputi; XRD, SEM dan ICP. Morfologi yang terbentuk pada pellet adsorben dengan variasi temperatur kalsinasi 500 °C, 600 °C dan 700 °C adalah irregular dan semakin tinggi temperatur kalsinasi maka semakin besar ukuran rata-rata butirnya serta semakin kristalin. LMO 700 mempunyai kemampuan adsorpsi Lithium Lumpur Sidoarjo yang paling baik dibanding adsorben lain, yaitu 29,8 mg/g.

Kata kunci : Adsorpsi, Reaksi Solid State, Topotastis, Lithium Mangan Oksida Spinel, Lumpur Sidoarjo



The Effect Of Temperature Variation At Synthesis Lithium Mangan Okside With Mol Ratio Li/Mn 0,8 On The Lithium Adsorption Capabality From Sidoarjo Mud

Name : Wahyu Perdana Kistiyanto
NRP : 2712 100 075
Department : Materials and Metallurgicals Engineering
Supervisor : Dr. Lukman N., S.T., M.Sc.Eng
Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si

Abstract

Indonesia is rich in mineral and natural resources. In Indonesia there are Lumpur Sidoarjo geothermal fluid, which according to scientists from Japan, Prof. Wataru Tanikawa, Sidoarjo Mud contains large Lithium element and can be used as batteries. From the various methods of extraction that is chosen is the adsorption method with Lithium Manganese Oxide Spinel as adsorbent. The synthesis of lithium manganese oxide by solid state reaction method with a mole ratio Li / Mn was 0.8. Adsorbent powder compacted with a pressure of 4.358 kN / mm to form pellets LMO. LMO pellets then calcined at 500°C temperature variation, 600 °C and 700 °C. Lithium from the adsorbent to remove the acid treatment done in 1liter 0.5M HCL for 24 hours. After that for Lithium adsorption process, the adsorbent LMO put 1liter Lumpur Sidoarjo for 24 hours. Characterization performed included; XRD, SEM and ICP. Morfologi formed in pellet adsorbent with variation of calcination temperature of 500 °C, 600 °C and 700 °C is irregular and the higher the calcination temperature, the greater the average size of the grain as well as the more crystalline. LMO 700 having adsorption capacity Lithium Lumpur Sidoarjo most well compared to other adsorbent, which is 2.98 mg/g.

Keywords : Adsorption, Solid State Reaction, Topotactic, Lithium Mangan Oxide Spinel, Sidoarjo Mud.



KATA PENGANTAR

Assalamualaikum Wr.Wb.

Puji syukur atas kehadiran Allah SWT atas segala petunjuk, rahmat dan hidayahNya sehingga penulis dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir yang berjudul **“Pengaruh Variasi Temperatur Kalsinasi Pada Sintesa Lithium Mangan Oksida Dengan Rasio Mol Li/Mn 0,8 Terhadap Kemampuan Adsorpsi Lithium Lumpur Sidoarjo”**.

Penyusunan laporan ini merupakan salah satu tugas yang harus diselesaikan untuk meraih gelar Sarjana Teknik dan memenuhi mata kuliah Tugas Akhir.

Pada kesempatan ini penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada :

1. Kedua Orang tua saya yang telah memberikan doa, semangat dan nasehat yang sangat bermanfaat.
2. Bapak Lukman Noerochim, S.T., M.Sc.Eng., Ph.D. dan Ibu Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si selaku dosen pembimbing, yang telah memberikan bimbingan, fasilitas dan motivasi.
3. Ibu Diah Susanti, ST., MT. yang telah memberikan ijin untuk menggunakan Laboratorium Kimia Material Teknik Material dan Metalurgi selama melakukan penelitian.
4. Ibu Dr. Widyastuti, S.Si, M.Si yang telah meminjamkan alat cetak (dies) kompaksi yang berada Laboratorium Fisika Material selama melakukan penelitian.
5. Ibu Russalia Istiani, A.Md yang telah membantu saya dalam proses pengujian XRD dan SEM di Jurusan Teknik Material dan Metalurgi.
6. Seluruh dosen dan karyawan Jurusan Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS.
7. Teman-teman Anggota Himpunan Teknik Material dan Metalurgi khususnya MT14 yang telah memberikan dukungan dan saran.
8. Pacar saya Annisa Pradifa Yanuar yang selalu memberikan dukungan baik moril maupun materiil.

9. Semua pihak yang tidak bisa disebutkan satu per satu.

Penulis menyadari adanya keterbatasan di dalam penyusunan laporan tugas akhir ini. Besar harapan penulis akan saran, dan kritik yang sifatnya membangun. Selanjutnya semoga tulisan ini dapat bermanfaat.

Surabaya, Januari 2016

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN	v
ABSTRAK	vii
KATA PENGANTAR	xi
DAFTAR ISI	xiii
DAFTAR GAMBAR.....	xvii
DAFTAR TABEL	xix

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	2
1.3 Batasan Masalah.....	2
1.4 Tujuan Penelitian	2
1.5 Manfaat Penelitian	3

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Lithium	5
2.2 Sumber Lithium di Alam	7
2.3 Sintesis Lithium Mangan Oksida dengan Metode <i>Solid State Reaction</i>	8
2.4 Kompaksi	8
2.5 Sintering	9
2.6 Adsorpsi dan Desorpsi	10
2.7 Klarifikasi Adsorben	12
2.8 Proses Interkalasi (Masuk) dan Deinterkalasi (Keluar) Lithium pada Lithium Mangan Oksida	12
2.9 Metode-metode <i>recovery</i> Lithium pada Penelitian Sebelumnya	14
2.9.1 Metode Adsorpsi	14

2.9.2 Metode <i>Co-Precipitation</i>	16
2.9.3 Metode Solvent Extraction.....	18
2.9.4 Metode Membran Proses.....	18
2.10 Penelitian Sebelumnya yang Menggunakan Metode Adsorpsi.....	19

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Bahan	25
3.2 Peralatan	25
3.3 Diagram Alir Penelitian	27
3.4 Metode Penelitian	29
3.4.1 Preparasi Adsorben Lithium Mangan Oksida	29
3.4.2 Preparasi Larutan Buatan dan Lumpur Sidoarjo .	30
3.4.3 Percobaan Adsorpsi dan Desorpsi Lithium pada Larutan Lithium Buatan	30
3.4.4 Percobaan Adsorpsi dan Desorpsi Lithium pada Air Lumpur Sidoarjo.....	31
3.5 Pengujian.....	32
3.5.1 Scanning Electron Microscope (SEM)	33
3.5.2 X-Ray Diffraction (XRD)	33
3.5.3 ICP-OES (Induced Coupled Plasma – Optical Emission Spectroscopy.....	35

BAB IV ANALISA DATA dan PEMBAHASAN

4.1 Sintesa Serbuk Adsorben Lithium Mangan Oksida dengan <i>Solid State Reaction</i>	37
4.2 Karakterisasi XRD Hasil Sintesa Adsorben Lithium Mangan Oksida	38
4.3 Karakterisasi XRD Hasil Acid Treatment Adsorben Lithium Mangan Oksida.....	40

4.4 Karakterisasi SEM (Scanning Electron Microscope) pada Hasil Sintesa Adsorben Lithium Mangan Oksida..	45
4.5 Karakterisasi (ICP-OES) pada Hasil Sintesa Lithium Mangan Oksida	42
4.6 Karakterisasi (ICP-OES) pada Larutan Lithium Buatan	48
4.7 Karakterisasi (ICP-OES) pada Lumpur Sidoarjo.....	51
 BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	
5.1 Kesimpulan	57
5.2 Saran	57
 DAFTAR PUSTAKA	59
LAMPIRAN	63
BIOGRAFI PENULIS.....	87



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Penggunaan Lithium di Dunia 2014	6
Gambar 2.2 Kompaksi Serbuk Logam	9
Gambar 2.3 Skema Dari Model Lithium <i>Extraction</i> (A) Dan Lithium <i>Insertion</i> (B) yang Dibuat oleh Feng (1992).....	13
Gambar 2.4 Diagram Fasa dari Lithium Mangan Oksida serta <i>delithiated product</i> -nya.....	15
Gambar 2.5 Struktur kristal dari Lithium Mangan Oksida Spinel	16
Gambar 2.6 Skema Proses <i>co-precipitation</i>	17
Gambar 2.7 Ilustrasi Proses <i>Recovery</i> dengan <i>Membrane Procces</i>	19
Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian	28
Gambar 3.2 Hasil Pelet Adsorben Lithium Mangan Oksida (LMO) setelah Proses Kompaksi dan Kalsinasi	29
Gambar 3.3 Proses Pemisahan Padatan Lumpur Sidoarjo sehingga Menjadi Cairan Bening	30
Gambar 3.4 Kantong Polypropylene yang Berisi LMO Dimasukkan ke Dalam Larutan Lithium Buatan	32
Gambar 3.5 <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM)	33
Gambar 3.6 Cara Kerja <i>X-Ray Diffraction</i>	34
Gambar 3.7 Alat Uji ICP-OES Lab Energi ITS.....	35
Gambar 4.1 Difraktogram Hasil Sintesa Adsorben Lithium Mangan Oksida Setelah Proses Kalsinansi dengan Variasi Temperature 500°C, 600°C dan 700°C Selama 5jam.....	38
Gambar 4.2 Difraktogram LMO 500 Antara Sebelum Acid Treatment dan Sesudah Acid Treatment.....	40
Gambar 4.3 Difraktogram LMO 600 Antara Sebelum Acid Treatment dan Sesudah Acid Treatment.....	41

Gambar 4.4 Difraktogram LMO 700 Antara Sebelum Acid Treatment dan Sesudah Acid Treatment.....	42
Gambar 4.5 Mekanisme Keluarnya ion Li^+ pada proses acid treatment	45
Gambar 4.6 Morfologi dan ukura butir LMO 500	46
Gambar 4.7 Morfologi dan ukura butir LMO 600	47
Gambar 4.8 Morfologi dan ukura butir LMO 700	47
Gambar 4.9 Mekanisme Adsorpsi Lithium oleh adsorben LMO	50
Gambar 4.10 Grafik Efisiensi Desorpsi Adsorben LMO pada Larutan Lithium Buatan.....	52
Gambar 4.11 Grafik Efisiensi Desorpsi Adsorben LMO pada Lumpur Sidoarjo.....	56

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Sifat-sifat Lithium	5
Tabel 2.2 Penelitian Sebelumnya yang Menggunakan Metode Adsorpsi	20
Tabel 4.1 Perubahan FWHM Sebelum dan Setelah <i>Acid Treatment</i>	43
Tabel 4.2 Perhitungan Lattice Parameter Sebelum dan Setelah <i>Acid Treatment</i>	44
Tabel 4.3 <i>Range</i> Ukuran Butir Hasil Sintesa Adsorben LMO	46
Tabel 4.4 Jumlah Lithium Pada Adsorben LMO Sebelum Dan Setelah <i>Acid Treatment</i>	48
Tabel 4.5 Jumlah Lithium yang Diserap oleh Adsorben dari Larutan Buatan Lithium	50
Tabel 4.6 Jumlah Lithium yang Didesorpsi oleh Adsorben LMO	51
Tabel 4.7 Jumlah Lithium yang Diserap oleh Adsorben dari Lumpur Sidoarjo	53
Tabel 4.8 Jumlah Lithium yang Didesorpsi oleh Adsorben LMO	52



BAB I PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang Masalah

Sejak beberapa tahun terakhir tingkat konsumsi Lithium dunia meningkat sangat signifikan. Tingginya kebutuhan akan Lithium dibuktikan dengan melambungnya angka konsumsi pada 2015, para analis industri dan produsen Lithium memperkirakan sebanyak 36.000 ton Lithium digunakan sepanjang tahun. Angka tersebut naik 15% dibanding tahun 2013 (US Geological Survey, 2015). Namun meningkatnya angka kebutuhan Lithium tersebut tidak memberikan efek apapun di Indonesia, buktinya sampai sekarang belum ada satu pun perusahaan yang bergerak dalam segmen produksi atau penambangan Lithium. Padahal dengan memiliki kemampuan untuk mengolah dan memproduksi Lithium sendiri akan dapat menyebabkan berbagai segmen industri lainnya untuk tumbuh, terutama yang bergerak pada bidang elektronik

Sumber lithium di alam banyak ditemukan pada air laut atau brines, mineral batuan dan pada *geothermal fluid* (Bakane, 2013). Menurut Wataru Tanikawa (2001) menyebutkan bahwa Lumpur Sidoarjo merupakan salah satu *geothermal fluid* yang banyak mengandung lithium, kurang lebih sebesar 6 ppm, sehingga Lumpur Sidoarjo dapat dijadikan sebagai sumber penghasil lithium untuk pembuatan baterai. Semakin banyak penelitian yang dilakukan untuk mencari cara yang terbaik dalam mendapatkan Lithium karena melihat prospek kebutuhan Lithium dari tahun ke tahun meningkat sangat signifikan. Salah satu cara tersebut ialah dengan metode adsorpsi, metode ini sering digunakan pada air laut. Pada tahun 2014, peneliti Indonesia, Gita Akbar telah melakukan penelitian dengan metode adsorpsi menggunakan adsorben Lithium Mangan Oksida. Lithium Mangan Oksida adalah satu senyawa adsorben yang cenderung murah, aman dan tidak beracun. Hasil penelitiannya menunjukkan bahwa senyawa



Lithium Mangan Oksida mampu menyerap lithium hingga 6,6 mg/g dengan rasio mol 1.

Pada penelitian ini dilakukan sintesa Lithium Mangan Oksida dengan metode *solid state reaction* dengan rasio mol Li/Mn 0,8 yang dikalsinasi pada temperatur 500°C, 600°C dan 700°C. Lithium Karbonat dan Mangan Oksida digunakan sebagai reaktan. Masing-masing adsorben yang dihasilkan akan dianalisa berdasar kemampuannya dalam menyerap Lithium yang terkandung dalam Lumpur Sidoarjo.

1.2 Perumusan Masalah

Penelitian ini memiliki beberapa perumusan masalah yaitu:

1. Bagaimana pengaruh temperatur kalsinasi terhadap struktur kristal dan morfologi dari Lithium Mangan Oksida yang terbentuk?
2. Bagaimana pengaruh temperatur kalsinasi dari Lithium Mangan Oksida terhadap kemampuan adsorpsi Lithium dari Lumpur Sidoarjo?

1.3 Batasan Masalah

Beberapa batasan masalah ditetapkan pada penelitian ini bertujuan agar penelitian yang dilakukan tidak melebar, berikut adalah batasan masalah tersebut:

1. Kandungan Lithium dari sampel Lumpur Sidoarjo yang digunakan dianggap homogen.
2. Perubahan temperatur saat proses kalsinasi dianggap konstan.

1.4 Tujuan Penelitian

Penelitian ini memiliki beberapa tujuan yaitu:

1. Menganalisa pengaruh temperatur kalsinasi terhadap struktur kristal dan morfologi pada Lithium Mangan Oksida yang terbentuk.
2. Menganalisa pengaruh temperatur kalsinasi terhadap kemampuan menyerap Lithium dari Lumpur Sidoarjo.



1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini dilakukan untuk menganalisa apakah metode adsorpsi dengan Lithium Mangan Oksida bisa digunakan untuk mendapatkan Lithium dari Lumpur Sidoarjo, dan juga Lithium Mangan Oksida yang manakah yang memiliki kemampuan terbaik dalam menyerap Lithium. Serta nantinya penelitian ini dapat digunakan sebagai rujukan terhadap penelitian-penelitian yang berkaitan dengan proses adsorpsi Lithium dari Fluida Geothermal.



“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Lithium

Lithium adalah suatu unsur kimia dalam tabel periodik yang memiliki lambang Li dan nomor atom 3. Unsur ini termasuk dalam logam alkali dengan warna putih perak. Dalam keadaan standar, lithium adalah logam paling ringan sekaligus unsur dengan densitas (massa jenis) paling kecil. Seperti logam-logam alkali lainnya, lithium sangat reaktif dan terkorosi dengan cepat dan menjadi hitam di udara yang lembap. Oleh karena itu, logam Lithium biasanya disimpan dalam wadah yang diisi minyak anhidrat.

Lithium adalah unsur ke-33 paling melimpah di bumi, namun oleh karena reaktivitasnya yang sangat tinggi membuat unsur ini hanya bisa ditemukan di alam dalam keadaan bersenyawa dengan unsur lain. Lithium ditemukan di beberapa mineral pegmatit, namun juga bisa didapatkan dari air asin dan lempung. Pada skala komersial, logam lithium didapatkan dengan elektrolisis dari campuran lithium klorida dan kalium klorida.

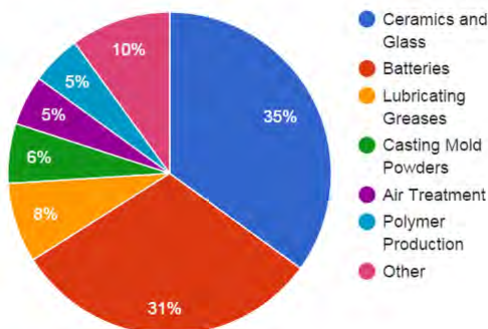
Tabel 2.1 Sifat-Sifat Lithium

Nomor Atom	3
Massa Atom	6.941 g/mol
Jari-Jari Atom	152 pm
Densitas	0.534 g/cm ³
Warna	Abu-abu terang
Titik Lebur	453.69 K
Titik Didih	1615 K
Heat of Fusion	3.00 kJ/mol
Heat of Vaporization	147.1 kJ/mol
Specific Heat Capacity	24.860 kJ/mol
First Ionization Energy	520.2 kJ/mol



Oxidation State	+1,-1
Elektronegatifitas	0.98
Struktur Kristal	BCC
Sifat Magnetik	Paramagnetik
2 Isotop Stabil	^6Li (7.5%) dan ^7Li (92.55)

Lithium dan senyawanya memiliki beberapa aplikasi, termasuk sebagai kaca tahan panas dan keramik, paduan ringan dengan kekuatan tinggi pada pesawat, dan tentunya baterai, secara terperinci pada Gambar 2.1 yang dibuat oleh Brian W. Jaskula (US Geological Survey, 2015) untuk estimasi penggunaan Lithium pada tahun 2014. Disebutkan juga oleh Jaskula bahwa penggunaan Lithium pada baterai semakin meningkat secara signifikan pada beberapa tahun terakhir dikarenakan baterai Lithium isi ulang yang semakin banyak digunakan pada peralatan elektronik portable, terutama pada smartphone dan laptop. Total produksi Lithium pada tahun 2014 adalah 36.000MT, dengan 31% adalah diaplikasikan untuk baterai.



Gambar 2.1 Penggunaan Lithium di Dunia 2014 (US Geological Survey, 2015)

Lithium memiliki satu elektron valensi yang dapat menjadi sebuah kation dengan mudah. Karena itu Lithium memiliki



kemampuan mengalirkan listrik dan panas dengan baik serta merupakan unsur yang sangat reaktif, tetapi tidak reaktif dengan logam alkali lainnya, sehingga Lithium cenderung membentuk hidroksida. Lithium bereaksi lambat terhadap air pada temperatur kamar, tetapi akan bereaksi cepat jika temperaturnya dinaikkan. Hal tersebut juga terjadi ketika Lithium bereaksi terhadap Oksigen, akan membentuk Lithium Oksida (Li_2O) ketika temperaturnya diatas 100°C . Pada Kondisi yang tepat Lithium akan dengan mudah di kombinasikan dengan Belerang, Hidrogen, Nitrogen, Halogen, dan zat yang bersifat asam. Lithium merupakan salah satu logam dengan titik lebur terendah diantara semua unsur logam yakni 180°C dan titik didih sekitar 1.335°C (2.435°F). Tetapi memiliki titik lebur dan didih yang paling tinggi dari golongan logam alkali.

2.2 Sumber Lithium di Alam

Pada tahun 2013 US Geological Survey mengestimasi bahwa terdapat 39.5 juta ton cadangan lithium diseluruh dunia. Cadangan terbesar berada di Pegunungan Andes Amerika Selatan yaitu sebesar 16.5 juta ton lithium yang berbentuk *briness*. Sebagian besar lithium yang berada di Pegunungan Andes berada di Negara Bolivia.

Sumber lithium di alam banyak ditemukan pada air laut atau brines, mineral batuan dan pada *geothermal fluid* (Bakane, 2013). *Geothermal Fluid* sendiri dianggap sebagai sumber yang sangat potensial karena kandungan lithiumnya lebih tinggi dari *briness* atau air laut, *recovery* lithium pada lapangan sudah dilakukan seperti yang ditulis Patel (2011). Pengolahan *Geothermal Fluid* memiliki cara yang tidak jauh berbeda dengan pengolahan litium dari air laut atau *briness*, karena bentuk dan sifat dari kedua *raw material* tersebut hampir sama.

Di Indonesia ditemukan sumber lithium, yakni pada semburan lumpur Lapindo Sidoarjo. Menurut Wataru Tanikawa (2001) menyebutkan bahwa Lumpur Sidoarjo merupakan salah satu *geothermal fluid* yang banyak mengandung lithium, kurang



lebih sebesar 6 ppm, sehingga Lumpur Sidoarjo dapat dijadikan sebagai sumber penghasil lithium untuk pembuatan baterai.

2.3 Sintesis Lithium Mangan Oksida dengan Metode *Solid State Reaction*

Solid state reaction adalah metode preparasi untuk membentuk solid polikristalin yang berasal dari campuran beberapa material solid di awal. Material solid tidak bereaksi pada temperatur kamar dengan skala waktu normal, untuk membentuk beberapa material solid bereaksi satu dengan lainnya maka perlu dilakukan pemanasan pada temperatur tertentu sesuai dengan jenis materialnya agar reaksi yang terjadi berjalan dengan cepat. Faktor-faktor yang mempengaruhi laju reaksi *solid state* meliputi beberapa hal seperti, kondisi reaksi, sifat struktur reaktan, luas permukaan padatan, reaktivitas material tersebut dan perubahan energi bebas yang terjadi pada reaksi tersebut (West, 1985).

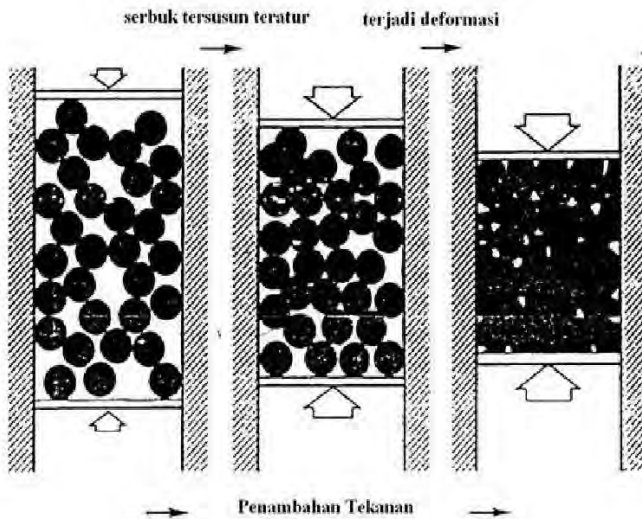
Pembentukan Lithium Mangan Oksida dengan *solid state reactions* sendiri pernah dilakukan oleh Wang (2006) dengan reaktan Li_2CO_3 serta MnCO_3 dan $\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$ serta MnCO_3 . Wang mensintesa kedua campuran tersebut dengan berbagai macam rasio serta temperatur yang berbeda beda. Selain Wang, Gita (2014) telah melakukan sintesa Lithium Mangan Oksida dengan reaktan Li_2CO_3 dan MnO_2 dengan variasi rasio mol 0,5 , 0,8, 1 dan 2. Hasil yang diperoleh adalah Lithium Mangan Oksida dengan rasio mol 0,8 dan 1 mempunyai daya serap yang efisien dibandingkan dengan yang lain.

2.4 Kompaksi

Kompaksi merupakan suatu proses pembentukan atau pemampatan terhadap serbuk murni atau paduan atau campurandari berbagai macam serbuk sehingga mempunyai bentuk tertentu dan mempunyai kekuatan yang cukup untuk mengalami proses selanjutnya. Tekanan yang diberikan pada serbuk, perilaku mekanik, dan laju penekanan merupakan parameter proses utama yang menentukan hasil kepadatan serbuk.



Peningkatan penekanan akan memberikan hasil *packing* yang lebih baik dan penurunan porositas, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Kompaksi Serbuk Logam (German, 1984)

2.5 Sintering

Sintering merupakan proses pemanasan produk awal hasil kompaksi pada suatu temperatur yang dilakukan untuk membentuk suatu ikatan antar partikel melalui mekanisme difusi atom sehingga kekuatan produk awal meningkat. Adapun parameter proses sintering yang perlu diperhatikan sebagai berikut (German, 1984) :

1. Temperatur sintering

Dengan temperatur sintering yang tinggi akan terjadi *shrinkage* yang lebih besar, pertumbuhan butir, dan biaya yang mahal. Semakin halus serbuk maka semakin cepat laju sintering, dan level impuritas yang semakin baik.



3. Waktu sintering

Semakin lama proses penyinteran berlangsung maka diameter serbuk semakin besar.

4. *Green density*

Densitas meningkat akan mengakibatkan terjadinya penyusutan yang kecil, terbentuk porositas yang lebih kecil dan diperoleh dimensi yang *uniform*.

5. Tekanan kompaksi

Semakin tinggi tekanan kompaksi akan memperbanyak dislokasi sehingga mempercepat sintering. Selain itu produk awal kompaksi yang ditekan pada tekanan rendah akan menyusut (*shrinkage*) lebih besar daripada produk awal yang ditekan dengan tekanan tinggi karena tekanan kompaksi mengurangi porositas dan menaikkan densitas produk awal.

2.6 Adsorpsi dan Desorpsi

Adsorpsi adalah merupakan suatu proses yang terjadi ketika suatu fluida (cairan maupun gas) terikat pada padatan dan akhirnya membentuk suatu lapisan tipis pada permukaan tersebut. Contohnya: pembersihan air dengan karbon aktif (Robert, 1981)

Pada adsorpsi digunakan istilah adsorbat dan adsorban, dimana adsorbat adalah substansi yang terjerap atau substansi yang akan dipisahkan dari pelarutnya, sedangkan adsorban adalah merupakan suatu media penyerap yang dalam hal ini berupa senyawa karbon (Webar, 1972).

Menurut prosesnya adsorpsi ada 2 macam:

a) Adsorpsi kimia

Adsorpsi kimia terjadi karena adanya reaksi antara molekul-molekul adsorbat dengan adsorben, dimana terbentuk ikatan kovalen dengan ion. Adsorpsi ini bersifat tidak reversible dan hanya membentuk lapisan (monolayer). Umumnya terjadi pada temperatur tinggi, sehingga panas adsorpsi tinggi. Adsorpsi ini terjadi dengan pembentukan senyawa kimia, hingga ikatannya lebih kuat. Contoh : adsorpsi O_2 pada Hg, HCl, Pt, C.



b) Adsorpsi fisika

Adsorpsi fisika terjadi apabila gaya intermolekuler lebih besar dari gaya tarik antar molekul atau gaya tarik menarik yang relative lemah antara adsorbat dengan permukaan adsorben. Gaya ini disebut gaya Van Der Waals, sehingga adsorbat dapat bergerak dari satu bagian permukaan ke bagian permukaan lain dari adsorben. Panas adsorpsi rendah, berlangsung cepat, dan kesetimbangan adsorpsi bersifat reversible (dapat bereaksi balik), dan dapat membentuk lapisan jamak (multilayer). Contoh : adsorpsi gas pada choncosl. (Sukardjo, 1997)

Faktor-Faktor yang Mempengaruhi Adsorpsi:

- Adsorben
Tiap jenis adsorben punya karakteristik tersendiri, artinya sifat dasar dari adsorben yang berperan penting.
- Adsorbat
Dapat berupa zat padat elektrolit maupun non-elektrolit. Untuk zat elektrolit adsorpsinya besar, karena mudah mengion, sehingga antara molekul-molekulnya saling tarik menarik, untuk zat non-elektrolit adsorpsinya sangat kecil.
- Konsentrasi
Makin tinggi konsentrasi larutan, kontak antara adsorben dan adsorbat akan makin besar, sehingga adsorpsinya juga makin besar.
- Luas Permukaan
Semakin luas permukaan adsorben, gaya adsorpsi akan besar sebab kemungkinan zat untuk diadsorpsi juga makin luas. Jadi, semakin halus suatu adsorben, maka adsorpsinya makin besar.
- Temperatur
Temperatur tinggi, molekul adsorbat bergerak cepat, sehingga kemungkinan menangkap atau mengadsorpsi molekul-molekul semakin sulit (Alberty, 1987).

Desorpsi adalah proses pelepasan kembali ion/molekul yang telah berikatan dengan gugus aktif pada adsorben. Salah satu



contohnya adalah larutan H_2SO_4 untuk mendesorpsi adsorbat pada adsorben karbon aktif. (Sukardjo, 1997).

2.7 Klarifikasi Adsorben

Klasifikasi adsorben berdasarkan bahannya dibagi menjadi dua, yaitu:

1. Adsorben Organik

Adsorben organik adalah adsorben yang berasal dari bahan-bahan yang mengandung pati. Adsorben ini sudah mulai digunakan sejak tahun 1979 untuk mengeringkan berbagai macam senyawa. Beberapa tumbuhan yang biasa digunakan untuk adsorben diantaranya adalah ganyong, singkong, jagung, dan gandum. Kelemahan dari adsorben ini adalah sangat bergantung pada kualitas tumbuhan yang akan dijadikan adsorben. Oleh karena itu, adsorben ini tidak dipilih dalam penelitian yang akan dilakukan.

2. Adsorben Anorganik

Adsorben ini mulai dipakai pada awal abad ke-20. Dalam perkembangannya, pemakaian dan jenis dari adsorben ini semakin beragam dan banyak dipakai orang. Penggunaan adsorben ini dipilih karena berasal dari bahan-bahan non pangan, sehingga tidak terpengaruh oleh ketersediaan pangan dan kualitasnya cenderung sama.

Dari penggolongan tersebut dalam penelitian ini menggunakan adsorben inorganik sebagai adsorbatnya. Karena unsur yang akan diekstraksi adalah unsur lithium maka akan digunakan Lithium Mangan Oksida Spinel sebagai adsorbennya.

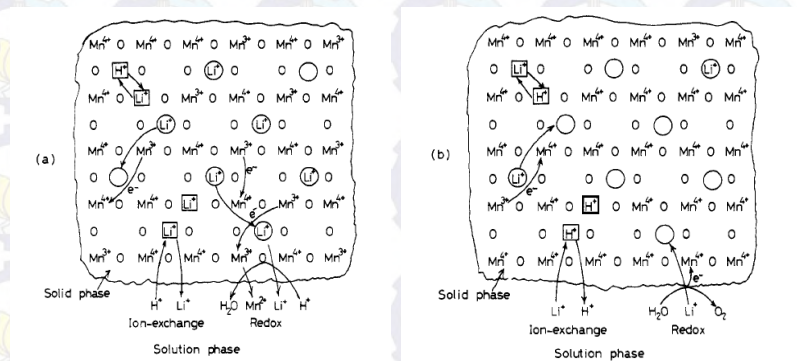
2.8 Proses Interkalasi (masuk) dan Deinterkalasi (keluar) Lithium Pada Lithium Mangan Oksida

Lithium Mangan Oksida Spinel memiliki sifat yang sangat baik apabila digunakan sebagai *inorganic adsorbent* untuk proses *recovery* lithium karena pada senyawa ini jenis perpindahan ion lithium adalah *topotactical* yaitu pergerakan dari



ion tidak akan merusak struktur spinel yang terbuat dari mangan dan oksigen.

Feng pada tahun 1992 melakukan penelitian terhadap proses *extraction* dan *insertion* ion Lithium pada Lithium Mangan Oksida spinel untuk mengkarakterisasi proses yang terjadi. Dari hasil penelitiannya didapatkan model seperti Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Skema Dari Model Lithium *Extraction* (a) dan Lithium *Insertion*(b) yang Dibuat oleh Feng (1992); ○, *redox-type*; □, *ion exchange type*

Pada model ini terdapat 2 jenis reaksi yang menyebabkan ion lithium berpindah, yang pertama ialah *ion-exchange* dan yang kedua adalah *redox*. Perpindahan dengan sistem *ion-exchange* terjadi dengan bertukarnya ion lithium dengan ion hydrogen pada larutan tanpa bereaksi dengan mangan. Sedangkan pada sistem redoks terjadi reaksi dengan mangan, reaksi dengan mangan mengindikasikan reaksi tidak lagi *topotactical*, karena dengan bereaksinya mangan maka akan terjadi perubahan dari sistem kristal. Sistem redoks dan *ion-exchange* sendiri terbentuk karena dipengaruhi oleh proses preparasi yang dilakukan (Ooi, 1990).

Chung (2004) telah menggunakan *inorganic adsorbent* untuk mengekstraksi Li^+ (*recovery lithium*). *Inorganic adsorbent*



yang ia buat ialah senyawa $\text{Li}_{1.33}\text{Mn}_{1.67}\text{O}_4$. *Inorganic adsorbent* tersebut termasuk didalam bentuk Lithium Mangan Oksida Spinel. Lithium mangan oksida spinel sendiri sudah banyak dikaji karena sifat spesifiknya yang tidak beracun, murah, memiliki stabilitas kimia yang tinggi serta ekstraksi Li^+ secara topotactical. Karena beberapa alasan diataslah maka senyawa ini sering digunakan sebagai *inorganic adsorbent* dan juga elektroda.

2.9 Metode – metode *recovery* Lithium pada Penelitian Sebelumnya

Dengan permintaan lithium yang semakin meningkat maka diperlukan proses ekstraksi Lithium yang memiliki efektivitas tinggi sehingga hasil yang didapat juga meningkat. Adapun teknologi yang telah diterapkan untuk mengekstraksi Lithium diantaranya dengan proses *Sulfation/Chlorination* *roasting* dan *water leaching* dimana hingga saat ini masih digunakan tetapi biaya produksi yang dikeluarkan tidak sebanding dengan Lithium yang dihasilkan. Selain itu ada juga yang menggunakan elektrokimia, resin penukar ion, ekstraksi pelarut, kopresipitasi, dan adsorpsi yang telah diteliti. Tetapi dari beberapa teknik diatas, metode adsorpsi memiliki keuntungan untuk dapat diterapkan untuk ekstraksi Lithium pada larutan yang telah diencerkan.

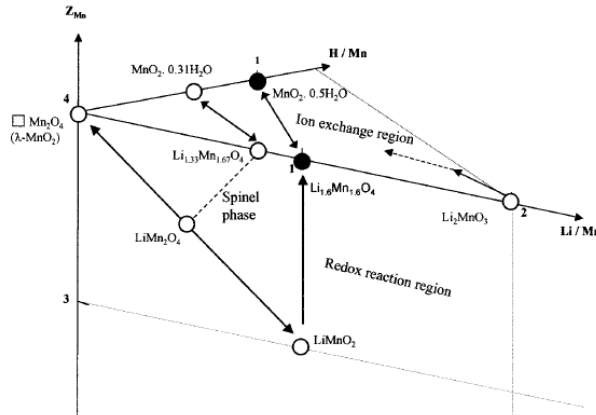
2.9.1 Metode Adsorpsi

Metode Adsorpsi adalah salah satu cara *recovery* Lithium dengan sumber berupa likuid, beberapa peneliti menggunakannya pada *brines* dan air laut, secara garis besar prosesnya ialah menggunakan adsorben inorganik yang dicelupkan pada air sumber Lithium dan adsorben tersebut akan menyerap Lithium dari sumber tersebut.

Senyawa yang sering kali diteliti sebagai media adsorben contohnya ialah senyawa berbasis Lithium Mangan Oksida, salah satunya LiMn_2O_4 yang disintesa oleh Chung (2004). Senyawa

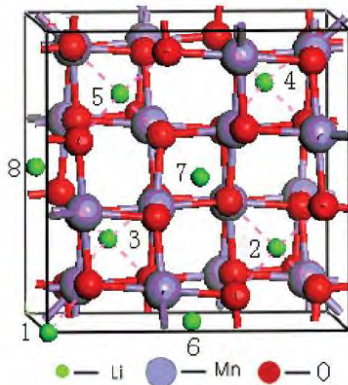


tersebut termasuk didalam bentuk Lithium Mangan Oksida Spinel (Gambar 2.4).



Gambar 2.4 Diagram Fasa dari Lithium Mangan Oksida serta *delithiated product*-nya. (Chitrakar, 2000)

Beberapa peneliti seperti Ooi (1991) menyebutkan bahwa Lithium Mangan Oksida yang berbentuk Spinel seperti Gambar 2.5 memiliki sifat-sifat yang sangat menguntungkan sebagai adsorben seperti tidak beracun, murah, memiliki stabilitas kimia yang tinggi serta keluar masuknya Li^+ secara topotaktis. Karena beberapa alasan diataslah maka senyawa ini sering digunakan sebagai adsorben inorganik dan juga elektroda baterai.



Gambar 2.5 Struktur Kristal Dari Lithium Mangan Oksida Spinel(Ning et al, 2006)

Lithium Mangan Oksida Spinel yang secara formula umum dapat diekspresikan menjadi $\text{Li}_n\text{Mn}_{2-x}\text{O}_4$ ($1 \leq n \leq 1.33$; $0 \leq x \leq 0.33$; $n \leq 1+x$) (Feng, 1992). Atau juga bisa ditulis seperti ini $(\text{Li})[\text{Li}_x\text{Mn}_{2-x}]\text{O}_4$ dimana () menunjukkan 8a tetrahedral site dan [] menunjukkan 16d octahedral sites, oksigen sendiri akan menjadi rangka berbentuk *cubic closed packed* dalam struktur Spinel Lithium Mangan Oksida ini, x bisa di isi dari 0 sampai dengan 0.33 yang dapat membentuk beberapa Lithium Mangan Oksida Spinel seperti LiMn_2O_4 , $\text{Li}_{1.14}\text{Mn}_{1.86}$, $\text{Li}_{1.33}\text{Mn}_{1.67}\text{O}_4$ dan lain lain (Wang et al, 2006).

2.9.2 Metode *Co-Precipitation*

Metode *co-precipitation* adalah mengendapkan zat dengan menambahkan sebuah presipitat dimana bekerja pada larutan di bawah kondisi normalnya. Sebagian besar metode *co-precipitation* diaplikasikan untuk sintesis partikel mikro dan nano. Di sisi lain, dalam analisis elemen seperti yang sering terjadi di Radiokimia, *co-precipitation* menjadi satu-satunya cara untuk memisahkan elemen. Selama elemen *host* yang terlalu cair (kurang dari *part per trillion*) untuk mengendapkan dengan cara konvensional, biasanya dikaitkan lagi dengan medium zat pembawanya, suatu zat yang memiliki struktur kristal yang sama

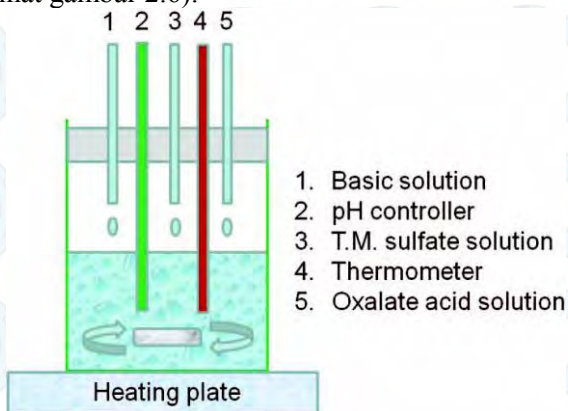
Jurusan Teknik Material dan Metalurgi

Fakultas Teknologi Industri

Institut Teknologi Sepuluh Nopember



yang dapat digabungkan dengan elemen yang diinginkan. Ada tiga mekanisme utama *co-precipitation* yakni inklusi, oklusi, dan adsorpsi. Sebuah inklusi terjadi ketika pengotor menempati lokasi kisi dalam struktur kristal dari zat pembawa, sehingga menyebabkan cacat kristalografi, ini dapat terjadi ketika jari-jari ionik dan komposisi dari pengotor yang mirip dengan zat pembawa. Sebuah adsorbat merupakan pengotor yang terikat lemah (teradsorpsi) pada permukaan endapan. Sebuah oklusi terjadi ketika pengotor teradsorpsi di dalam kristal dan terlihat seperti tumbuh (lihat gambar 2.6).



Gambar 2.6 Skema Proses *co-precipitation*

Salah satu penelitian terbaru tentang kopresipitasi diaplikasikan oleh Dapeng Wang pada 2013 dalam sintesa Lithium dan Mangan sebagai material katoda melalui *Oxalate* dengan metode *co-precipitation*. Dalam penelitian ini terdapat perhitungan termodinamika dan karakterisasi yang dihubungkan dengan efek reaksi pH dan agen presipitasi pada morfologi dan komposisi endapan. Ditemukan bahwa oksalat mangan memiliki kelarutan yang lebih tinggi dibandingkan dengan oksalat nikel, terutama pada pH reaksi rendah. Ketika pH reaksi meningkat dari 1 sampai 7, yang partikel oxalate berevolusi dari kubik menjadi morfologi pipih. Untuk mencapai sasaran komposisi yang



diinginkan, pH dengan nilai lebih tinggi diperlukan ketika NaOH digunakan sebagai regulator pH, lebih dibutuhkan daripada amonia. Endapan *Oxalate* mengandung $\text{Ni}_{0.25}\text{Mn}_{0.75}\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kemudian sintesis $\text{Li}_{1.2}\text{Ni}_{0.2}\text{Mn}_{0.6}\text{O}_2$ sebagai bahan katoda menunjukkan morfologi berpori antara partikel utama batang. Elektrokimia pengujian bahan ini dalam sel koin menunjukkan kapasitas tinggi dan stabil (sekitar $220 \text{ mAh} \cdot \text{g}^{-1}$).

2.9.3 Metode *Solvent Extraction*

Pada proses *solvent extraction* Lithium diekstraksi menggunakan *solvent* tertentu yang menyebabkan Lithium dapat berpisah dengan larutan *brines*. Seperti yang dilakukan oleh Dang(1977) pada *smackover oilfield water*, *flow diagram* yang dilakukan oleh Dang.

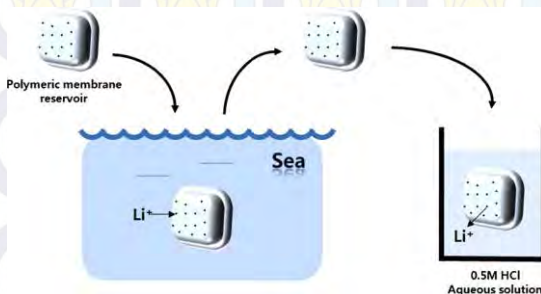
Brines hasil separasi awal pada *skimming tank* mengalami proses evaporasi didalam *evaporator* sehingga menyebabkan pengendapan dari Sodium Klorida(NaCl) dan menguapnya sebagian besar air. Fluida yang sudah melewati proses tadi kini disebut dengan *Bittern*. Selanjutnya *Bittern* dicampur dengan ether dan DPM (Dipivaloylmethane). Setelah pengadukan, campuran *Bittern*, ether dan DPM dipindahkan ke *settling tank*, pemindahan ini dilakukan untuk memisahkan lapisan air dengan lapisan Li-DPM pada ether. Lalu lapisan air dipisahkan ke tower destilasi untuk digunakan sekali lagi. Sedangkan ether dan Li-DPM di pindahkan ke tower ekstraksi, dengan penambahan HCl, Lithium akan terpisah dengan DPM. LiCl dari tower ekstraksi dievaporasi untuk menguapkan air dan lalu LiCl di elektrolisis untuk memproduksi Lithium dan Klorin.

2.9.4 Metode Membran Proses

Metode membran proses merupakan salah satu cara *recovery* Lithium pada likuid dan merupakan pengembangan dari metode adsorpsi, penelitian ini pernah dilakukan oleh Umeno(2002) dengan cara menempelkan serbuk Lithium Mangan Oksida pada *membrane polyvinylchloride* (PVC) yang beroperasi



pada aliran air laut bertekanan. Namun kekurangan yang terdapat pada yang dilakukan oleh Umeno ialah serbuk Lithium Mangan Oksida tersebut mudah terlepas dari membran PVC. Kemudian peneliti selanjutnya, Chung (2008) dengan menggunakan membran polimer (Polypropylene, Polysulfone, Polyester) Chung membuat suatu wadah atau kantong yang berisikan adsorben inorganik dengan tujuan agar adsorben tidak mudah hilang ke air laut. Sehingga membran tersebut bisa dikatakan menjaga agar serbuk adsorben tidak terlepas masuk ke aliran air laut. Cara kerja dari membran proses ini sendiri dapat dilihat pada Gambar 2.7 dengan cara mencelupkan membran polimer yang berisi adsorben kedalam air laut, lalu adsorben akan bereaksi dengan Lithium di air laut sehingga Lithium terserap kedalam membran polimer. Lalu langkah selanjutnya mengekstraksi Lithium dengan mencelupkan membran kedalam HCl.



Gambar 2.7 Ilustrasi Proses *Recovery* Dengan *Membrane Procces* (Chung, 2008)

2.10 Penelitian Sebelumnya yang Menggunakan Metode Adsorpsi

Beberapa penelitian sudah dilakukan berkaitan dengan proses *recovery* Lithium menggunakan metode adsorpsi. Rangkuman akan beberapa penelitian tersebut dapat dilihat pada Table 2.2.



Tabel 2.2 Penelitian Sebelumnya yang Menggunakan Metode Adsorpsi

Peneliti	Metode	Hasil
Qi Feng, Yoshitaka Miyai, Hirofumi Kanoh, and Kenta Ooi'	Sintesa Lithium Mangan Oksida (bebagai rasiomol) dengan precursor MnOOH dan Li_2CO_3 . Pemanasan dilakukan selama 4 jam pada temperatur 400°C dan 850°C . Acid treatments dilakukan dengan cara mencelupkan adsorben ke HCL 0.2M selama 2 hari	Terdapat 2 tipe site untuk keluar masuk Li^+ yaitu: tipe redoks dan tipe ion-exchange. Namun reaksi yang ion-exchange lebih disukai untuk terjadi.
Ramesh Chitrakar, Hirofumi Kanoh, Yoshitaka Miyai, and Kenta Ooi	Sintesa $\text{Li}_{1.6}\text{Mn}_{1.6}\text{O}_4$ dilakukan dengan hydrothermal dan reflux method. Hydrothermal dilakukan dengan mencampur 2 g MnOOH dengan 40 mL 4M LiOH solution. Lalu dipanaskan pada temperatur 120°C selama 24 8 jam. Acid treatment dilakukan dengan 1,5 g absorbent dan 2 liter HCL 0,5M selama 24 jam.	Adsorben $\text{H}_{1.6}\text{Mn}_{1.6}\text{O}_4$ memiliki sifat selektif terhadap ion lithium saja serta memiliki kemampuan penyerapan lithium tinggi sampai 40 mg/g.
Lu Wang, Wei Ma , Ru Liu,	Sintesa LMO 0,5-1 dengan reaktan	Hasil penelitian menunjukkan LMO



Hai Yan Li, Chang Gong Meng	Mn_2CO_3 dengan $\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$ atau Li_2CO_3 , dilakukan pada temperatur 450°C dan waktu yang berbeda-beda. <i>Acid treatment</i> dengan cara mencelupkan 1gr adsorben didalam larutan HCL 0,5 M sebanyak 500 Liter selama 24 jam. Proses adsorbsi Lithium dari LiCl dilakukan dengan 0.1g sample pada 1 liter LiCl (10ppm Li) selama 24 jam.	yang disintesa dengan Mn_2CO_3 dengan $\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$ memiliki kemampuan penyerapan Li^+ yang tinggi. LMO 1 memiliki kemampuan penyerapan lithium yang paling tinggi dari Air Laut buatan
Kang-Sup Chung, Jae- Chun Lee, Wan-Keun Kim, Sung Bok Kim , Kuk Young Cho	Menggunakan 40g LMO 0,8 sebagai adsorben. Yang dimasukkan kedalam kantong membran PSf, PSf/Polyester, Polyester dan kintex(Polypropylene). <i>Acid treatment</i> dengan 40g LMO dicelupkan kedalam 0,5M HCL selama 5 hari. Adsorbsi dengan mencelupkan LMO kedalam 4L air (100ppm Li) selama 1	Diketahui bahwa metode adsorbsi dengan membran membutuhkan membran yang memiliki pore lebih kecil dari serbuk, memiliki kekuatan mekanik yang baik untuk menahan beban adsorben, resistance dengan HCL.



	hari.	
Gede Panca Ady Sapputra dan Lukman Noerochim	Menggunakan 0,957 gr MnO_2 dan 0,132 LiOH kemudian di stirring selama 30menit. Temperatur kalsinasi adalah 200°C dengan variasi waktu, 24, 48 dan 72 jam. <i>Acid treatment</i> dengan 2 Liter HCL 0,5M.	Efisiensi adsorpsi yang terbesar dimiliki oleh Lithium Mangan Oksida Spinel (LiMn_2O_4) dengan waktu hidrotermal 72 jam. Sedangkan efisiensi desorpsi yang terbesar dimiliki oleh Lithium Mangan Oksida Spinel (LiMn_2O_4) dengan waktu hidrotermal 24 jam
Yusuf Kurniawan dan Lukman Noerochiem	Menggunakan proses hydrothermal dengan sintesa MnO_2 dan LiOH. Dengan variasi temperatur kalsinasi 160°C , 180°C dan 200°C selama 24jam. Proses <i>acid treatment</i> dengan HCL 0,5M selama 48jam.	LiMn_2O_4 dengan temperatur pemanasan hidrotermal 160°C memiliki efisiensi adsorpsi paling tinggi sebesar 42,39%. Sedangkan LiMn_2O_4 dengan temperatur pemanasan hidrotermal 200°C memiliki efisiensi desorpsi paling tinggi sebesar 1,21%. Secara keseluruhan material yang memiliki efisiensi adsorpsi dan desorpsi



		paling baik adalah LiMn_2O_4 dengan temperatur pemanasan 200°C .
Gita Akbar dan Lukman Noerochiem	Menggunakan proses <i>solid state</i> dengan sintesa MnO_2 dan Li_2CO_3 . Sintesa divariasikan pada rasio mol Li/Mn, yaitu 0,5, 0,8, 1 dan 2. Kalsinasi pada temperatur 500°C selama 5jam. Proses <i>acid treatment</i> selama 24jam didalam 0,5M HCL.	Adsorben LMO dengan struktur kristal Spinel memiliki kemampuan menyerap Lithium paling tinggi pada rasio mol Li/Mn 1 dengan Lithium Uptake sebesar 6,6 mg/g, pada LMO 2 yang berstruktur Monoklinik tidak dapat menyerap Lithium



“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu:

- a. Li_2CO_3
- b. MnO_2
- c. Lumpur Sidoarjo
- d. HCl 0.5 M
- e. Alkohol
- f. Aquades
- g. LiOH
- h. Membran Kimtech[®]

3.2 Peralatan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu :

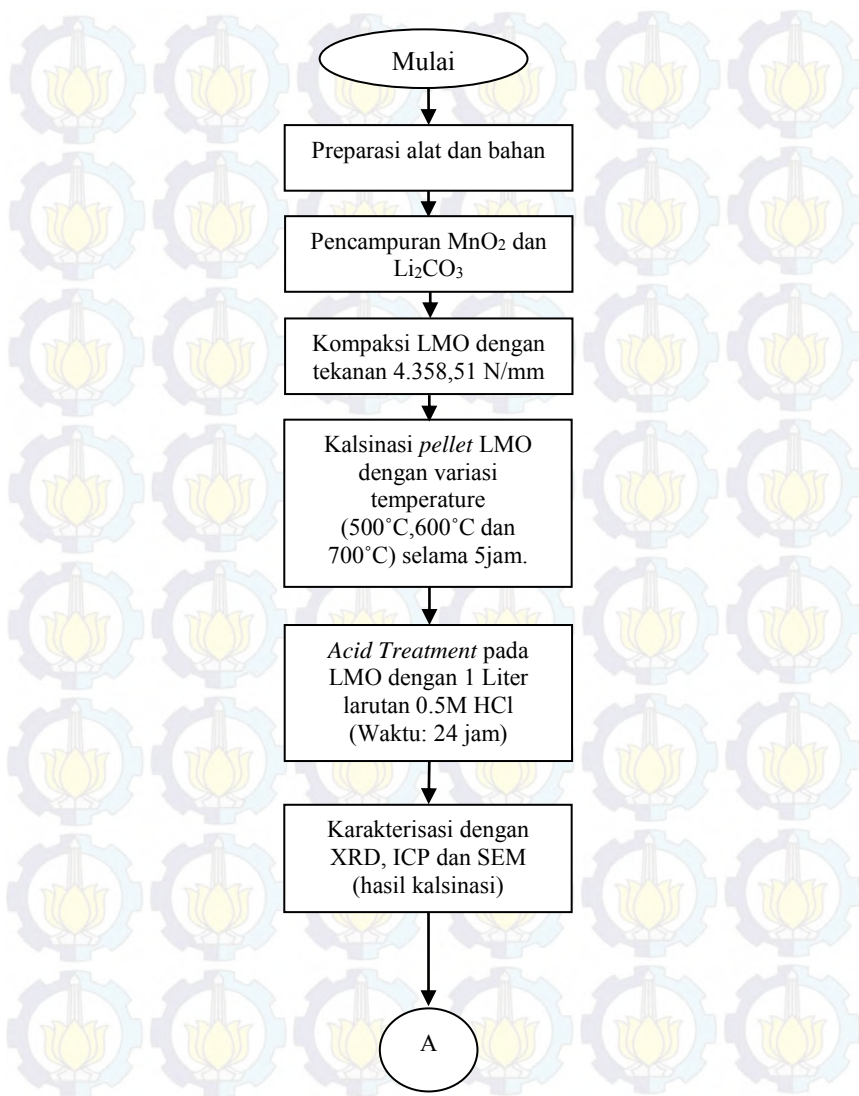
1. Neraca Analitik (Digital)
Digunakan untuk menimbang massa senyawa Li_2CO_3 dan MnO_2 .
2. Mortar dan Pestle
Digunakan untuk menggerus serta mencampur kedua reagent.
3. Furnace
Digunakan untuk melakukan *solid state reaction* antara Li_2CO_3 dan MnO_2 agar dapat terbentuk Lithium Mangan Oksida.
4. Sentrifuge
Digunakan untuk memisahkan liquid dengan solid yang ada pada Lumpur Sidoarjo.
5. Beaker Glass
Digunakan untuk pembuatan larutan HCl dan pencucian adsorbent.
6. Wadah 2.5 Liter
Digunakan untuk proses acid treatment serta adsorpsi pada lumpur sidoarjo.

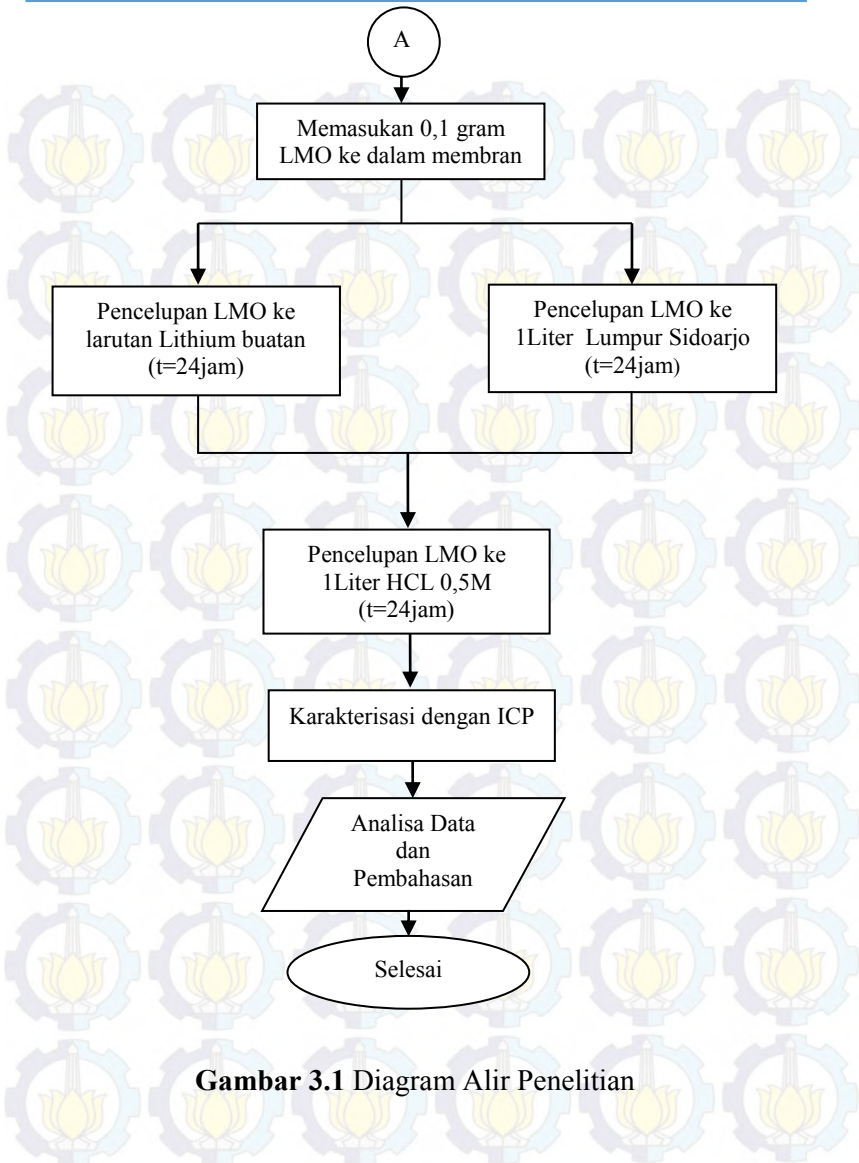


7. Spatula
Digunakan pada proses pembuatan reaktan yang harus bersentuhan dengan bahan kimia.
8. Glove
Untuk melindungi tangan saat bekerja dengan bahan bahan berbahaya.
9. Neraca Digital
Untuk proses penimbangan reaktan.
10. Tabung Sentrifuge
Digunakan untuk memisahkan liquid dengan solid yang ada pada Lumpur Sidoarjo .
11. ICP (Induced Coupled Plasma)
Digunakan untuk mengetahui kandungan Lithium pada adsorbent LMO sebelum acid treatment dan sesudah acid treatment, serta setelah proses adsorbs ke Lumpur Sidoarjo.
12. SEM (Scanning Electron Microscope)
Digunakan untuk mengetahui bentuk dan morfologi dari butir ya.ng terbentuk setelah proses *solid state reaction*
13. XRD (X-ray Diffraction)
Digunakan untuk mengetahui apakah fasa Lithium Mangan Oksida terbentuk atau tidak dalam material hasil kalsinasi.



3.3 Diagram Alir Penelitian





Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian



3.4 Metode Penelitian

3.4.1 Preparasi Adsorben Lithium Mangan Oksida

1. Lithium Mangan Oksida disintesa dengan proses *solid state reaction* dari 2 senyawa yaitu Li_2CO_3 dan MnO_2 , pertamanya kedua senyawa tersebut di preparasi dahulu dengan cara di-*mixing* dengan komposisi yang sesuai dengan perhitungan rasio mol Li/Mn 0,8 , serta juga selama pencampuran diberikan alkohol.
2. Adsorben LMO yang terbentuk ditimbang masing – masing 1 gram, kemudian dimasukkan ke alat uji kompaksi untuk dibentuk pellet.
3. Setelah menjadi pellet, campuran Li_2CO_3 dan MnO_2 di kalsinasi dengan $T=500^\circ\text{C}$, 600°C dan 700°C , dengan $t = 5\text{jam}$.
4. Setelah dikalsinasi setiap sample yang terbentuk diuji karakteristiknya dengan XRD, SEM dan ICP. Hasil kalsinasi dapat dilihat pada Gambar 3.2.
5. Melakukan *acid treatment* pada adsorben LMO dengan cara mencelupkan masing-masing LMO pada larutan HCL 0.5M sebanyak 1 liter dengan waktu 24 jam
6. Lalu melakukan pengujian XRD dan ICP lagi pada setiap sample adsorben. Dilakukan untuk membandingkan struktur kristal yang terbentuk dan kandungan lithium.



Gambar 3.2 Hasil Pelet Adsorben Lithium Mangan Oksida (LMO) setelah Proses Kompaksi dan Kalsinasi, (a) LMO 500; (b) LMO 600; (c) LMO 700.



3.4.2 Preparasi Larutan Lithium Buatan dan Lumpur Sidoarjo

1. Untuk membuat larutan Lithium buatan dengan kadar Li 100ppm adalah dilarutkan 0,3429 gram serbuk LiOH kedalam 1 Liter aquades.
2. Lumpur Sidoarjo yang didapat berupa campuran solid dan liquid maka dari itu dilakukan pemisahan. Pemisahan ini dilakukan dengan cara menyaring campuran lumpur menggunakan kertas tisu sebanyak. Proses penyaringan dilakukan beberapa kali hingga larutan dan endapan lumpur terpisah, dapat dilihat pada Gambar 3.3.
3. Setelah melakukan penyaringan, lalu dilakukan pemisahan antara air Lumpur Sidoarjo dengan endapan solid yang terbentuk.



Gambar 3.3 Proses pemisahan padatan Lumpur Sidoarjo sehingga menjadi cairan bening.



3.4.3 Percobaan Adsorpsi dan Desorpsi Lithium pada Larutan Lithium Buatan

1. Adsorben LMO yang sudah melalui *acid treatment* masing-masing dicelupkan kedalam larutan Lithium buatan sebanyak 1liter dengan waktu selama 24 jam.
2. Setelah itu adsorben dikeluarkan dari larutan Lithium buatan.
3. Setiap adsorben LMO yang telah dicelupkan ke larutan Lithium buatan diuji ICP untuk mengetahui kandungan lithium yang diserap.
4. LMO yang telah mengalami proses adsorpsi dicelupkan ke dalam 1Liter larutan HCL 0,5M selama 24 untuk proses desorpsi.
5. Larutan HCL di uji ICP untuk mengetahui jumlah ion Lithium yang dikeluarkan.

3.4.4 Percobaan Adsorpsi dan Desorpsi Lithium pada Air Lumpur Sidoarjo

1. Adsorben LMO yang sudah melalui *acid treatment* masing-masing dicelupkan kedalam air Lumpur Sidoarjo sebanyak 1liter dengan waktu selama 24 jam (dapat dilihat pada Gambar 3.4)
2. Setelah itu adsorben dikeluarkan dari air Lumpur Sidoarjo.
3. Setiap adsorben LMO yang telah dicelupkan ke air Lumpur Sidoarjo diuji ICP untuk mengetahui kandungan lithium yang diserap.
4. LMO yang telah mengalami proses adsorpsi dicelupkan ke dalam 1Liter larutan HCL 0,5M selama 24 untuk proses desorpsi.
5. Larutan HCL di uji ICP untuk mengetahui jumlah ion Lithium yang dikeluarkan.



Gambar 3.4 Kantong Polypropylene yang berisi LMO dimasukkan ke dalam Larutan Lithium buatan

3.5 Pengujian

3.5.1 Scanning Electron Microscope (SEM)

Scanning Electron Microscope adalah jenis mikroskop elektron yang memanfaatkan sinar elektron berenergi tinggi dalam pola *raster scan* sehingga dapat menampilkan gambar morfologi sampel dengan perbesaran 2000-20.000x. Cara kerja SEM adalah dengan menembakkan elektron dari *electron gun* lalu melewati *condensing lenses* dan pancaran elektron akan diperkuat dengan sebuah kumparan, setelah itu elektron akan difokuskan ke sampel oleh lensa objektif yang ada dibagian bawah. Pantulan elektron yang mengenai permukaan sampel akan ditangkap oleh *backscattered electron detector* dan *secondary electron detector* yang kemudian diterjemahkan dalam bentuk gambar pada display monitor.



Gambar 3.5 *Scanning Electron Microscope (SEM)*

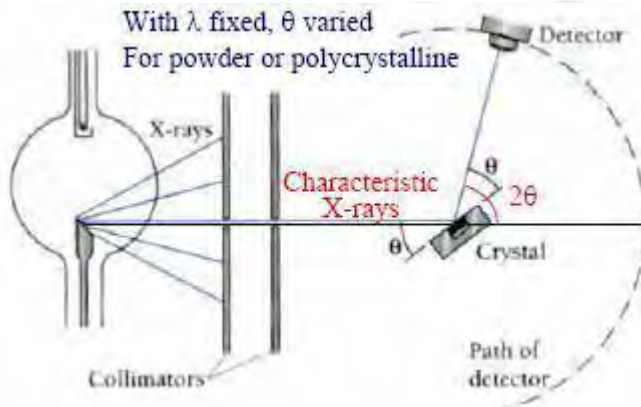
Alat uji SEM yang digunakan adalah Inspect S50 seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.5. Tempat pengujian dilakukan di Laboratorium Karakterisasi Jurusan Teknik Material dan Metalurgi. Sampel yang digunakan berupa serbuk yang diletakkan pada *holder* dengan menggunakan selotip karbon *double tape*. Lalu, sampel dimasukkan dalam *specimen chamber* pada alat SEM. Sampel Lithium Mangan Oksida diamati dengan berbagai perbesaran untuk dapat memahami morfologi serta ukuran dari Adsorben LMO yang terbentuk.

3.5.2 XRD (X-ray Diffraction)

X-ray diffraction adalah suatu metode yang digunakan untuk mengidentifikasi unsur/senyawa secara kualitatif dan untuk menentukan komposisi secara kuantitatif. Lalu pengamatan dengan mikroskop akan menjelaskan bagaimana distribusi fasa yang teridentifikasi berdasarkan hasil XRD. Sehingga untuk



keperluan identifikasi material yang tidak diketahui, contohnya material baru hasil reaksi, maka cukup dilakukan dua pengujian saja yaitu XRD dan juga SEM. Alat XRD yang digunakan bertipe PANalytical yang bertempat di Laboratorium Karakterisasi Material Jurusan Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS.



Gambar 3.6 Cara Kerja X-Ray Diffraction

Pengujian XRD secara garis besar memanfaatkan difraksi dari sinar-x untuk mendapatkan data-data yang dibutuhkan. Pengujian ini bertempat di Laboratorium Karakterisasi Jurusan Teknik Material dan Metalurgi Cara kerja XRD dapat dilihat pada Gambar 3.6 yang pertama ialah generator tegangan tinggi yang berfungsi sebagai pembangkit daya sumber sinar-x, lalu sampel yang sudah dipreparasi diletakkan didalam *X-ray tube*. Setelah itu berkas sinar-x ditembakkan ke sampel dan sinar-x didifraksikan oleh sampel tersebut, kemudian sinar-x yang terdifraksi tadi masuk ke alat penerima berkas yang disebut *Photographic Plate*, nantinya data tersebut akan diolah lebih lanjut dan lalu diterjemahkan menjadi bentuk spectroscopy / kurva.

Hasil kalsinasi antara Li_2CO_3 dan MnO_2 untuk membentuk Lithium Mangan Oksida akan melalui pengujian XRD agar dapat diketahui apa saja fasa yang terbentuk setelah proses kalsinasi tersebut, apakah sesuai atau tidak.



3.5.3 ICP - OES (Induced Coupled Plasma - Optical Emission Spectroscopy)

Induced Coupled Plasma adalah suatu jenis alat pengujian atau teknik analisa untuk mendeteksi suatu jenis unsur yang terdapat pada suatu material. Pengujian ini termasuk tipe spektroskopi emisi yang menggunakan plasma yang di induksi untuk memproduksi atom dan ion yang tereksitasi dan dari atom atau ion yang tereksitasi ini akan memancarkan radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang khusus sesuai dengan elemen tersebut. Intensitas dari emisi tersebut yang akan mengindikasikan konsentrasi dari sebuah elemen yang terdapat dalam sample (Stefánsson, 2007).

Alat uji ICP yang digunakan adalah merk TELEDYNE LEEMAN LABS, tipe PRODIGY HIGH DISPERSION 9060D dengan tempat pengujian berada di Lab Energi ITS (dapat dilihat pada Gambar 3.7). Sample yang digunakan adalah Adsorben LMO yang harus dilarutkan terlebih dahulu dengan reagen untuk memisahkan Lithium dengan endapan solid lain, sehingga terbentuk larutan bening yang mengandung Lithium. Hal tersebut adalah standar pengujian ICP yang harus dilakukan karena sample tidak boleh mengandung endapan.



Gambar 3.7 Alat Uji ICP-OES Lab Energi ITS

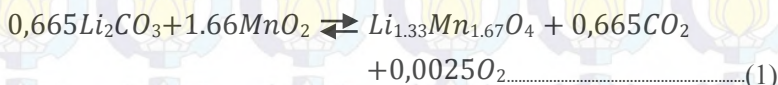


“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB IV ANALISA DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesa Serbuk Adsorben Lithium Mangan Oksida dengan *Solid State Reaction*

Pembuatan serbuk adsorben Lithium Mangan Oksida (LMO) diawali dengan mencampurkan serbuk Lithium Karbonat(Li_2CO_3) serta serbuk Mangan Oksida(MnO_2) dengan besar massa yang telah dihitung secara stoikiometri dengan besar rasio mol Li/Mn adalah 0,8. Reaksi yang terjadi pada pembentukan adsorben LMO dengan rasio mol Li/Mn 0,8:



Reaksi kimia antara Lithium Karbonat(Li_2CO_3) dan Mangan Oksida(MnO_2) membentuk LMO berlangsung secara *solid state*.

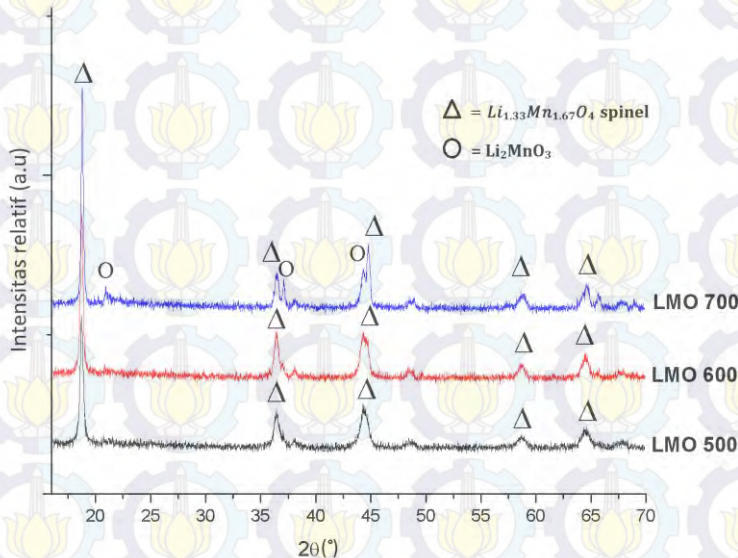
4.2 Karakterisasi XRD Hasil Sintesa Adsorben Lithium Mangan Oksida

Pengujian XRD pada adsorben dilakukan dua kali, yaitu yang pertama setelah proses kalsinasi dan yang kedua setelah proses *acid treatment*, hal tersebut dilakukan untuk dapat mengetahui dan menganalisa perubahan apa saja yang terjadi pada struktur kristal adsorben sebelum dan setelah *acid treatment* dimana Lithium keluar dari adsorben.

Pada penelitian sebelumnya telah terbukti bahwa hasil sintesa Lithium Mangan Oksida secara *solid state* membentuk $\text{Li}_{1,33}\text{Mn}_{1,67}\text{O}_4$ dengan fasa spinel murni. Fasa spinel murni sangat berpengaruh pada proses adsorpsi Lithium. Adsorben yang memiliki fasa ini sangat bagus untuk adsorpsi Lithium karena kemampuan topotaktisnya ketika terjadi proses keluar dan masuknya Lithium pada adsorben. (Gita,2012)



Pada penelitian ini menggunakan *JCPDS card* no. 01-088-0460 sebagai acuan dalam sintesis Lithium Mangan Oksida yang tersaji pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Difraktogram Hasil Sintesa Adsorben Lithium Mangan Oksida setelah Proses Kalsinansi dengan Variasi Temperatur 500°C, 600°C dan 700°C selama 5jam.

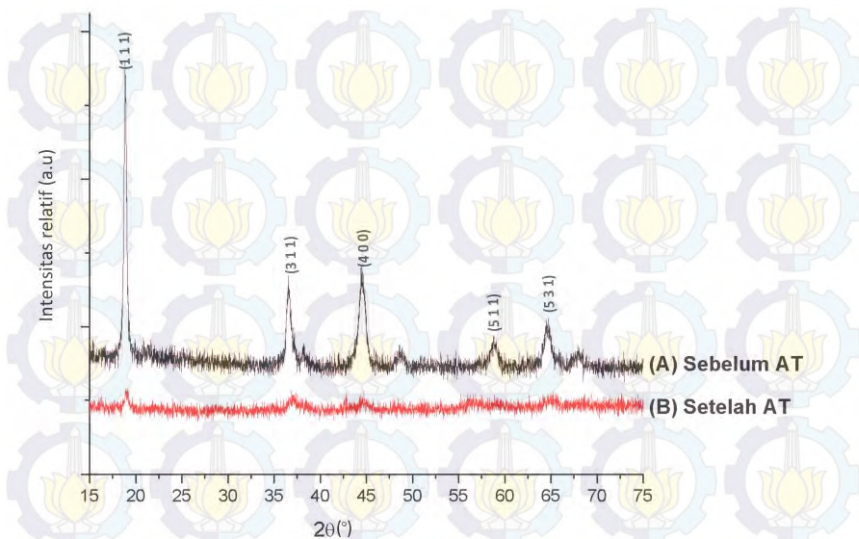
Difraktogram hasil sintesis yang terbentuk dari semua variasi waktu hidrotermal menunjukkan kecocokan pola difraksi dengan *JCPDS card* no. 01-088-0460. Hal ini dapat disimpulkan bahwa LMO dengan rasio mol Li/Mn 0,8 ($Li_{1.33}Mn_{1.67}O_4$) dengan struktur kristal spinel telah berhasil disintesa. Pada LMO 700 ternyata muncul fasa baru pada puncak peak tertinggi ke-2 dan ke-3. Setelah dianalisa dengan aplikasi Highscore, fasa baru yang muncul pada LMO 700 adalah Li_2MnO_3 dengan *JCPDS card* no. 0-018-0737.



Lithium Mangan Oksida Spinel memiliki sifat yang sangat baik apabila digunakan sebagai *inorganic adsorbent* untuk proses recovery lithium karena pada senyawa ini jenis perpindahan ion lithium adalah *topotactical* yaitu pergerakan dari ion tidak akan merusak struktur spinel yang terbuat dari mangan dan oksigen. (Feng,1992)

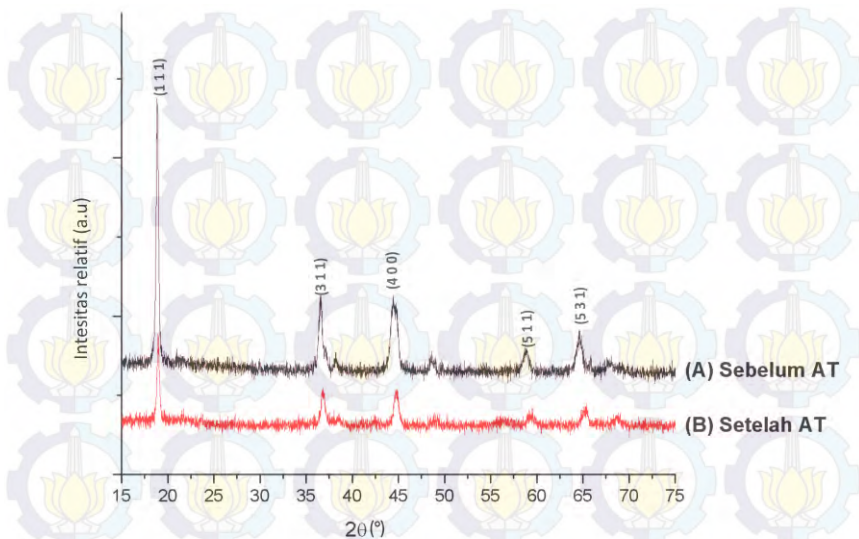
4.3 Pengujian XRD Hasil *Acid Treatment* Adsorben Lithium Mangan Oksida

Pengujian ini dilakukan setelah adsorben LMO diberi perlakuan *acid treatment*. Secara umum bentuk kurva dari LMO 600 dan 700 yang mengalami proses *acid treatment* ialah sama, perbedaan yang terjadi ialah pergeseran ke arah kanan atau 2-theta dan perubahan FWHM, kesamaan ini menandakan bahwa pada proses *acid treatment* struktur spinel tetap terjaga bentuknya, sifat seperti ini bisa disebut dengan topotaktis. Namun pada LMO 500 intensitasnya sangat rendah tetapi peak tertinggi masih sesuai dengan LMO sebelum *acid treatment*. Hal ini disebabkan karena bentuk kristalin pada LMO 500 menurun.



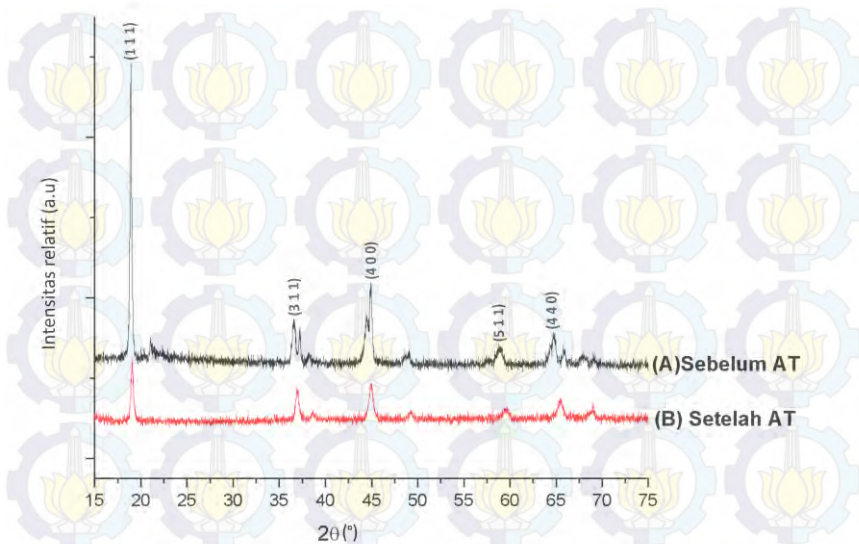
Gambar 4.2 Difraktogram LMO 500 antara sebelum *Acid Treatment* dan sesudah *Acid Treatment*

Pada Gambar 4.2 diketahui bahwa adanya penurunan intensitas pada hasil XRD LMO 500 yang telah mengalami proses *acid treatment*. Namun beberapa peak tertinggi masih sama dengan hasil XRD sebelum *acid treatment*. Hal tersebut menunjukkan bahwa LMO 500 masih bertahan dalam struktur kristal spinel. Dari hasil XRD diketahui bahwa adanya perubahan FWHM antara sebelum dan sesudah *acid treatment*. Sebelum *acid treatment* FWHM pada puncak tertinggi adalah 0,0053 rad, sedangkan setelah *acid treatment* FWHM pada puncak tertinggi adalah 0,0047 rad.



Gambar 4.3 Difraktogram LMO 600 antara sebelum *Acid Treatment* dan sesudah *Acid Treatment*

Pada Gambar 4.3 diketahui bahwa adanya penurunan intensitas pada hasil XRD LMO 600 yang telah mengalami proses *acid treatment*. Namun beberapa peak tertinggi masih sama dengan hasil XRD sebelum *acid treatment*. Hal tersebut menunjukkan bahwa LMO 600 masih bertahan dalam struktur kristal spinel. Dari hasil XRD diketahui bahwa adanya perubahan FWHM antara sebelum dan sesudah *acid treatment*. Sebelum *acid treatment* FWHM pada puncak tertinggi adalah 0,0035 rad, sedangkan setelah *acid treatment* FWHM pada puncak tertinggi adalah 0,0012 rad.



Gambar 4.4 Difraktogram LMO 700 antara sebelum *Acid Treatment* dan sesudah *Acid Treatment*

Pada Gambar 4.4 diketahui bahwa adanya penurunan intensitas pada hasil XRD LMO 700 yang telah mengalami proses *acid treatment*. Namun beberapa peak tertinggi masih sama dengan hasil XRD sebelum *acid treatment*. Hal tersebut menunjukkan bahwa LMO 700 masih bertahan dalam struktur kristal spinel. Dari hasil XRD diketahui bahwa adanya perubahan FWHM antara sebelum dan sesudah *acid treatment*. Sebelum *acid treatment* FWHM pada puncak tertinggi adalah 0,0023 rad, sedangkan setelah *acid treatment* FWHM pada puncak tertinggi adalah 0,0012.

Perbedaan yang terjadi pada LMO 500,600 dan 700 ialah terdapat pergeseran FWHM pada masing-masing peak tertinggi (besar pergeseran dapat dilihat dalam Tabel 4.1)



Tabel 4.1 Perubahan FWHM Sebelum dan Setelah *Acid Treatment*

Adsorben	FWHM (rad)	
	Sebelum Acid Treatment	Setelah Acid Treatment
LMO 500	0,0053	0,0047
LMO 600	0,0035	0,0012
LMO 700	0,0023	0,0012

Dari Tabel 4.1 diketahui bahwa FWHM semakin menurun seiring tingginya temperatur kalsinasi. Hal tersebut juga terjadi sebelum dan setelah *acid treatment*. FWHM yang semakin kecil menunjukkan bahwa lebar peak semakin kecil, kecilnya lebar peak ini menunjukkan bahwa strukturnya semakin kristalin.

Dari hasil XRD dapat dihitung besar *lattice parameter* antara sebelum acid treatment dan setelah acid treatment. Pada penelitian sebelumnya perubahan *lattice parameter* ini menunjukkan adanya proses keluar dan masuknya Lithium. Perubahan ukuran *lattice parameter* pada struktur kristal tersebut dapat dihitung dengan rumus berikut:

$$a = \sqrt{(h^2 + k^2 + l^2) \times d^2} \dots\dots\dots(2)$$

h,k,l = Indeks Miller(didapat dari PDF-card reference dengan d-spacing yang sama dengan hasil pengujian)

d = Panjang d-spacing hasil pengujian (Å)

a = Unit cell parameter(Å)

Lattice parameter yang terdapat pada LM 500; LMO 600; LMO 700 adalah hanya “a”, karena sistem yang terdapat pada struktur kristal spinel ialah *face-centered cubic* yang mana diketahui



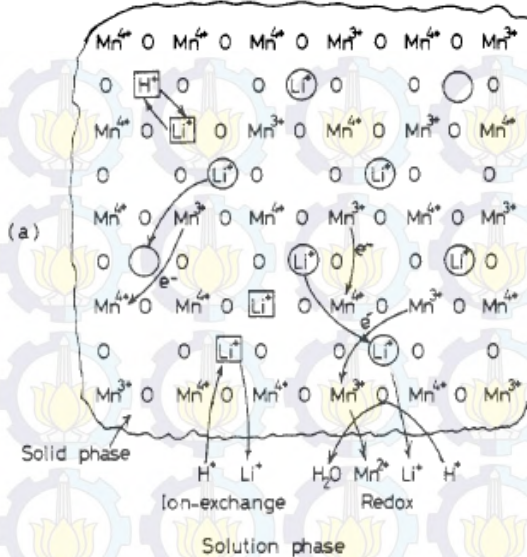
bahwa *lattice parameter* pada kubik ialah $a=b=c$. Dari perhitungan yang sudah dilakukan maka dibandingkan *lattice parameter* pada adsorben sebelum dan sesudah *acid treatment*, yang dapat dilihat pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Perhitungan Lattice Parameter Sebelum dan Setelah Acid Treatment

Adsorben	Lattice Parameter	
	Sebelum Acid Treatment	Setelah Acid Treatment
LMO 500	5,95 Å	5,39 Å
LMO 600	6,50 Å	5,95 Å
LMO 700	6,78 Å	6,47 Å

Dari hasil perhitungan lattice parameter antara LMO 500, LMO 600 dan LMO 700 dapat disimpulkan bahwa lattice parameter pada masing-masing adsorben menurun. Penurunan lattice parameter disebabkan karena ion Li^+ pada proses acid treatment keluar dari adsorben. Hal ini terjadi karena adanya pertukaran ion, yaitu Li^+ yang keluar dan H^+ (yang terdapat pada HCl) masuk. Ukuran jari-jari dari ion Li^+ jauh lebih besar dibandingkan dengan ion H^+ yaitu 0,128nm dengan 0,031nm. Perbedaan ukuran atom inilah yang menyebabkan penurunan atau *shrinkage* pada *lattice parameter*.

Perpindahan Lithium dari adsorben ke larutan HCl dengan sistem *ion-exchange* terjadi dengan bertukarnya ion Lithium dengan ion hidrogen pada larutan tanpa bereaksi dengan mangan. Perpindahan ini tidak menyebabkan struktur spinelnya berubah, kemampuan ini disebut dengan topotaktis. (Feng, 1992) Mekanisme proses keluarnya ion Li^+ pada proses acid treatment dapat dilihat pada Gambar 4.5.



Gambar 4.5 Mekanisme Keluarnya ion Li^+ pada Proses Acid Treatment.

4.4 Karakterisasi SEM (Scanning Electron Microscop) pada Hasil Sintesa Adsorben LMO

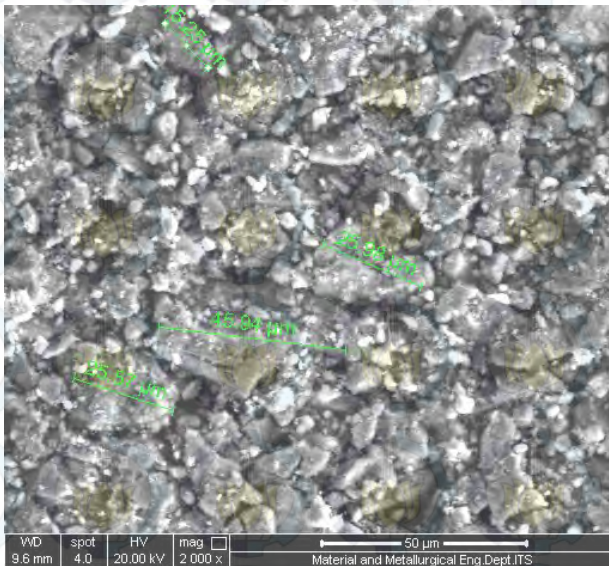
Pengujian SEM dilakukan untuk dapat mengetahui ukuran butir dan morfologi yang terdapat pada setiap adsorben yang telah disintesa sebelumnya. Pada pengujian SEM ini, sampel yang digunakan dalam bentuk *pellet*.

Dapat dilihat pada Gambar 4.6 – 4.8 adalah morfologi dari hasil sintesa adsorben LMO 500, LMO 600 dan LMO 700. Ukuran butir pada setiap sampel bervariasi, namun pada karakterisasi ini dikhususkan untuk menganalisa perbedaan ukuran butir antara LMO 500, LMO 600 dan LMO 700. Ukuran butir dapat dilihat pada Tabel 4.3. Morfologi pada ketiga adsorben terlihat tidak beraturan atau *irregular shape*.

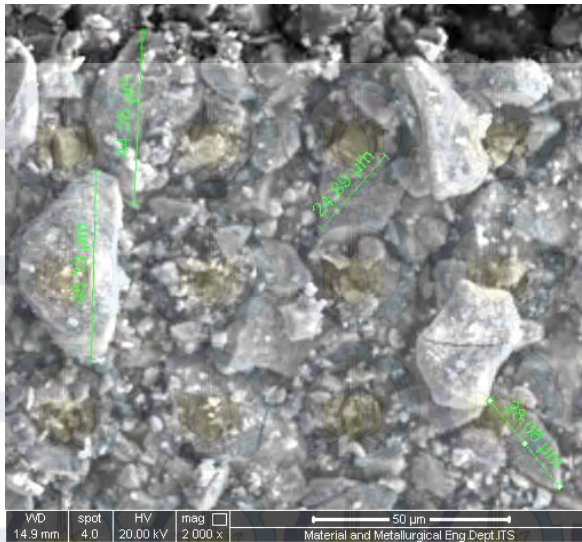


Tabel 4.3 Range Ukuran Butir Hasil Sintesa Adsorben LMO

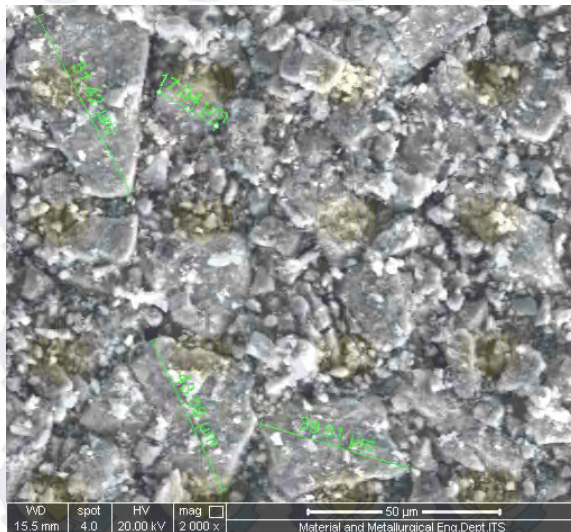
Adsorben	Range ukuran butir (μm)
LMO 500	15,25 – 45,94
LMO 600	28,06 – 48,10
LMO 700	17,04 – 51,42



Gambar 4.6 Morfologi dan ukuran butir adsorben LMO 500



Gambar 4.7 Morfologi dan ukuran butir adsorben LMO 600



Gambar 4.8 Morfologi dan ukuran butir adsorben LMO 700



Perbedaan ukuran butir pada masing-masing LMO disebabkan karena variasi temperatur kalsinasi. Semakin tinggi temperatur kalsinasi maka semakin besar ukuran butirnya. (German, 1984)

Bentuk morfologi yang *irregular* pada masing-masing adsorben LMO disebabkan karena solid state reaction pada proses sintesa adsorben Lithium.

4.5 Pengujian ICP - OES (Induced Coupled Plasma – Optical Emission Spectroscopy) pada Hasil Sintesa Lithium Mangan Oksida

Pengujian ICP ini bertujuan untuk mengetahui jumlah Lithium yang terdapat pada adsorben LMO. Setelah proses kalsinasi, maka LMO akan dilanjutkan ke proses *acid treatment* yang bertujuan untuk mengeluarkan ion lithium dari adsorben. Proses *acid treatment* ini berlangsung selama 24jam, kemudian adsorben LMO diuji ICP untuk mengetahui jumlah Lithium yang tersisa pada adsorben LMO. Hasil pengujian ICP dapat dilihat pada Tabel 4.4, dimana dibandingkan jumlah Lithium sebelum *acid treatment* dan *setelah acid treatment*.

Tabel 4.4 Jumlah Lithium Pada Adsorben LMO Sebelum Dan Setelah *Acid Treatment*

Adsorben	Jumlah Lithium (ppm)		
	Sebelum Acid Treatment	Setelah Acid Treatment	Lithium yang keluar
LMO 500	44.046	13.300	30.746
LMO 600	38.556	11.400	27.156
LMO 700	46.196	15.100	31.096

Setelah pengujian ICP dilakukan ternyata jumlah Lithium yang keluar dari adsorben selama proses *acid treatment* selama 24 jam sangat besar. Hal ini menunjukkan bahwa proses *acid treatment* yang dilakukan sudah sangat baik. Semakin besar



Lithium yang keluar maka semakin banyak vacancy Lithium yang terdapat pada adsorben.

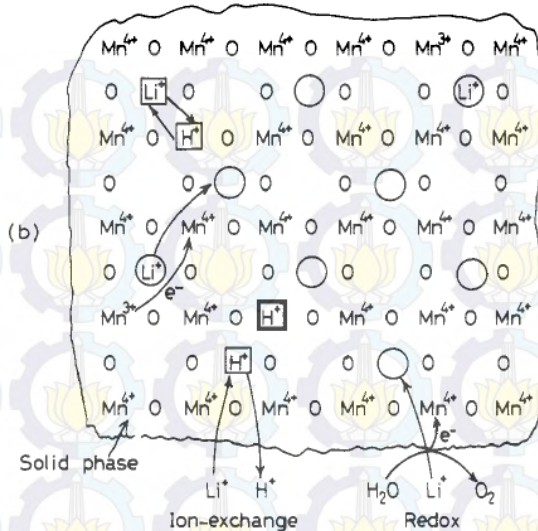
LMO 500 dan 700 menunjukkan bahwa semakin tinggi temperatur kalsinasi maka semakin baik proses ekstraksi Lithium dari adsorben. Namun pada LMO 600, jumlah Lithium yang tersisa lebih sedikit dari LMO 500. Hal tersebut disebabkan karena jumlah awal LMO 600 sudah lebih kecil daripada LMO 500 dan LMO 700.

4.6 Pengujian ICP - OES (Induced Coupled Plasma - Optical Emission Spectroscopy) pada Larutan Lithium Buatan

Pengujian ICP pada larutan Lithium buatan bertujuan untuk mengetahui jumlah Lithium yang diadsorpsi dan di desorpsi serta sebagai standarisasi adsorpsi dan desorpsi Lithium.

Proses adsorpsi pada LMO 500, 600 dan 700 terjadi secara *ion exchange* sesuai dengan percobaan Feng pada 1992. Adsorpsi terjadi karena adanya vacancy pada tempat Lithium setelah proses *acid treatment*. Lithium yang berada pada larutan Lithium buatan akan masuk ke dalam LMO untuk menggantikan hidrogen yang berada pada LMO. Mekanisme adsorpsi pada LMO dapat dilihat pada Gambar 4.9.

Pada Lumpur Lapindo proses adsorpsi Lithium terjadi sangat selektif karena pada banyak kandungan unsur lain selain Lithium.(Wataru,2012). Meskipun banyak unsur lain di dalam kandungan Lumpur Sidoarjo namun pada penelitian sebelumnya membuktikan bahwa LMO dapat mengadsorpsi Lithium dari Lumpur Sidoarjo. Hal tersebut membuktikan bahwa adsorben LMO telah terbukti selektif dalam mengadsorpsi Lithium dari Lumpur Sidoarjo.(Akbar,2012)



Gambar 4.9 Mekanisme Adsorpsi Lithium oleh Adsorben LMO

Hasil pegujian ICP pada larutan Lithium buatan menunjukkan kemampuan dari masing-masing adsorben LMO. Larutan Lithium buatan dibuat dengan kadar Lithium 100ppm sebagai standar awal. Kemampuan adsorben LMO dalam mengadsorpsi Lithium dapat dilihat pada Tabel 4.5

Tabel 4.5 Jumlah Lithium yang Diserap oleh Adsorben dari Larutan Buatan Lithium

Adsorben	Jumlah Lithium (ppm)		
	Jumlah Lithium awal	Jumlah Lithium akhir	Lithium yang diadsorpsi
LMO 500	100	76,4	24,6
LMO 600		77,3	22,7
LMO 700		83,5	16,5



Dari Tabel 4.5 dapat diketahui bahwa LMO 500 mempunyai kemampuan adsorpsi yang paling tinggi dibandingkan dengan adsorben LMO yang lain. Temperatur kalsinasi berpengaruh pada kemampuan adsorpsi Lithium, semakin tinggi temperatur kalsinasi maka semakin rendah kemampuan adsorpsi Lithiumnya.

Setelah melakukan proses adsorpsi, maka adsorben LMO diuji untuk proses desorpsinya. Proses desorpsi disini bertujuan untuk mengetahui jumlah Lithium yang dapat dikeluarkan kembali setelah diadsorpsi. Jumlah Lithium yang dapat didesorpsi oleh adsorben dapat dilihat di Tabel 4.6.

Tabel 4.6 Jumlah Lithium yang Didesorpsi oleh Adsorben LMO.

Adsorben	Jumlah Lithium (ppm)	
	Lithium yang diadsorpsi	Lithium yang didesorpsi
LMO 500	24,6	0.98
LMO 600	22,7	0.92
LMO 700	16,5	0.94

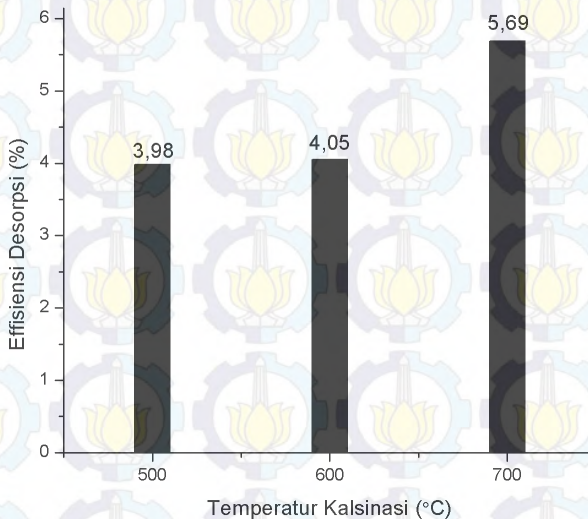
Diketahui bahwa pH pada Larutan Lithium buatan adalah 9,7 yang menunjukkan bahwa larutan Lithium ini bersifat basa. Pada keadaan basa LMO 500 mempunyai kemampuan adsorpsi yang paling tinggi dibandingkan dengan LMO 600 dan 700. Hal ini menunjukkan bahwa LMO dengan temperatur kalsinasi 500°C lebih optimal daripada temperatur kalsinasi yang lebih tinggi. Lingkungan dimana adsorben menyerap Lithium sangat berpengaruh terhadap kemampuan adsorpsinya.

Setelah mendapat hasil adsorpsi dan desorpsi, maka dihitung juga untuk besar efisiensi desorpsi dari masing-masing adsorben LMO. Seperti yang dilakukan oleh Chung pada 2008. Untuk efisiensi desorpsi dari masing-masing adsorben dapat dilihat pada Gambar 4.10. Dari gambar tersebut dapat diketahui bahwa efisiensi desorpsi dari LMO 500, 600 dan 700 semakin



meningkat seiring tingginya temperatur kalsinasi. Efisiensi desorpsi dapat dicari menggunakan rumus :

$$\text{Efisiensi desorpsi} = \frac{\text{Jumlah Lithium yang didesorpsi}}{\text{Jumlah Lithium yang diadsorpsi}} \times 100\% \dots (3)$$



Gambar 4.10 Grafik Efisiensi Desorpsi Adsorben LMO pada Larutan Lithium Buatan

4.7 Pengujian ICP - OES (Optical Emission Spectroscopy) pada Lumpur Sidoarjo

Pengujian ICP pada Lumpur Sidoarjo bertujuan untuk mengetahui jumlah Lithium yang diadsorpsi dan di desorpsi pada Lumpur Sidoarjo.

Hasil pengujian ICP pada larutan Lumpur Sidoarjo menunjukkan kemampuan dari masing-masing adsorben LMO. Larutan Lithium buatan dibuat dengan kadar Lithium 8,79 ppm



sebagai jumlah awal Lithium yang terkandung pada Lumpur Sidoarjo. Kemampuan adsorben LMO dalam mengadsorpsi Lithium dapat dilihat pada Tabel 4.7.

Tabel 4.7 Jumlah Lithium yang Diserap oleh Adsorben dari Lumpur Sidoarjo

Adsorben	Jumlah Lithium (ppm)		
	Jumlah Lithium awal	Jumlah Lithium akhir	Lithium yang diadsorpsi
LMO 500	8,79	5,84	2,95
LMO 600		5,84	2,95
LMO 700		5,81	2,98

Dari Tabel 4.7 dapat diketahui bahwa LMO 500, 600 dan 700 mempunyai kemampuan adsorpsi yang relatif sama. LMO 700 mempunyai kemampuan adsorpsi sedikit lebih tinggi. Hal ini berbanding terbalik dengan hasil adsorpsi pada larutan Lithium buatan, dimana LMO 500 mempunyai kemampuan adsorpsi yang lebih tinggi.

Setelah melakukan proses adsorpsi, maka adsorben LMO diuji untuk proses desorpsinya. Proses desorpsi disini bertujuan untuk mengetahui jumlah Lithium yang dapat dikeluarkan kembali setelah diadsorpsi. Jumlah Lithium yang dapat didesorpsi oleh adsorben dapat dilihat di Tabel 4.8

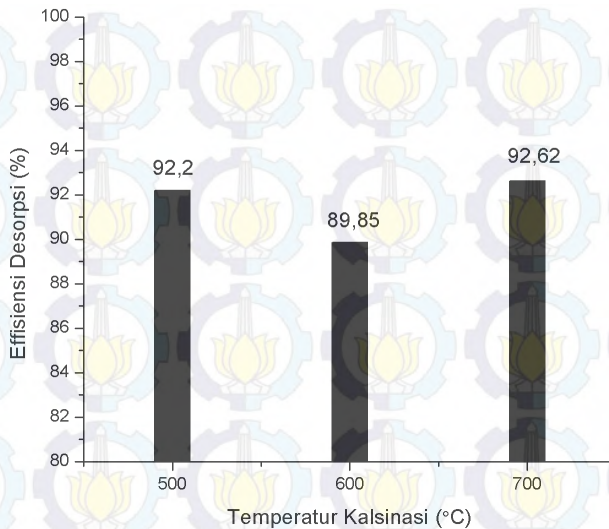
**Tabel 4.8** Jumlah Lithium yang Didesorpsi oleh Adsorben LMO.

Adsorben	Jumlah Lithium (ppm)	
	Lithium yang diadsorpsi	Lithium yang didesorpsi
LMO 500	2,95	2,72
LMO 600	2,95	2,48
LMO 700	2,98	2,76

Diketahui bahwa pH pada Lumpur Sidoarjo adalah 4,8 yang menunjukkan bahwa larutan Lithium ini bersifat asam. Pada keadaan asam LMO 700 mempunyai kemampuan adsorpsi yang paling tinggi dibandingkan dengan LMO 500 dan 600. Hal ini menunjukkan bahwa LMO dengan temperatur kalsinasi 700°C lebih optimal untuk menyerap Lithium dalam kondisi lingkungan yang asam. Lingkungan dimana adsorben menyerap Lithium sangat berpengaruh terhadap kemampuan adsorpsinya.

Setelah mendapat hasil adsorpsi dan desorpsi, maka dihitung juga untuk besar efisiensi desorpsi dari masing-masing adsorben LMO. Seperti yang dilakukan oleh Chung pada 2008. Untuk efisiensi desorpsi dari masing-masing adsorben dapat dilihat pada Gambar 4.11. Dari gambar tersebut dapat diketahui bahwa efisiensi desorpsi dari LMO 500, 600 dan 700 semakin meningkat seiring tingginya temperatur kalsinasi. Efisiensi desorpsi dapat dicari menggunakan rumus :

$$\text{Efisiensi desorpsi} = \frac{\text{Jumlah Lithium yang didesorpsi}}{\text{Jumlah Lithium yang diadsorpsi}} \times 100\% \dots (4)$$



Gambar 4.11 Grafik Efisiensi Desorpsi Adsorben LMO pada Lumpur Sidoarjo

LMO 700 memiliki kemampuan adsorpsi yang paling baik pada Lumpur Sidoarjo dimana memiliki keadaan lingkungan yang asam. Hal tersebut ditunjukkan oleh besarnya jumlah Lithium yang diadsorpsi dan didesorpsi oleh LMO 700. Pada variable temperatur paling tinggi, yaitu 700°C LMO memiliki kemampuan adsorpsi dan desorpsi paling tinggi. Penelitian lain dengan variasi temperatur kalsinasi 300-800°C juga membuktikan bahwa semakin tinggi temperatur kalsinasi menyebabkan semakin tingginya kemampuan adsorpsi dari adsorben. Hal tersebut dikarenakan semakin banyak site yang aktif pada temperatur yang tinggi(Jie Feng,2013).



“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Pada penelitian ini telah berhasil disintesa Lithium Mangan Oksida dengan rasio mol Li/Mn 0,8 dengan metode *solid state reaction*. Kesimpulan yang dapat diambil dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Semakin tinggi temperatur kalsinasi maka strukturnya semakin kristalin. Temperatur kalsinasi yang tinggi menyebabkan ukuran butir pada LMO semakin besar.
2. LMO 700 memiliki kemampuan adsorpsi yang paling baik yaitu 29,8 mg/g dengan efisiensi desorpsi sebesar 92,62%.

5.2 Saran

Saran yang dapat diberikan untuk penelitian selanjutnya yang berhubungan adalah sebagai berikut :

1. Pada proses *Acid Treatment* dan adsorpsi perlu digunakan container atau wadah yang sesuai sehingga dapat dilakukan steering.
2. Lama waktu yang digunakan untuk proses desorpsi diharap bias lebih lama lagi.



“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

- Alberty, R.A., (1987), "Physical Chemistry Volume 7th". **John willey and Sons. Inc.**, New York.
- Bakane, Piyush A., 2013. "Overview Of Extraction Of Mineral/Metals With The Help Of Geothermal Fluid". **Proceedings of The Thirty-Eighth Workshop on Geothermal Reservoir Engineering**. California.
- Chung, Kang-Sup., Lee, Jae-Chun., Kim Eun-Jin., Lee, Kyung-Chul., Kim, Yang-Soo., and Ooi, Kenta. 2004 "Recovery of Lithium from Seawater Using Nano-Manganese Oxide Adsorbents Prepared by Gel Process". **Materials Science Forum** Vols. 449-452, 277-280.
- Chung, Kang-Sup., Lee, Jae-Chun., Kim, Wan-Keun., Kim, Sung Bok., Cho, Young Kuk. 2008. "Inorganic adsorbent containing polymeric membrane reservoir for the recovery of lithium from seawater". **Journal of Membrane Science** 325, 503-508.
- Chitrakar, Ramesh., Kanoh. Hirofumi., Miyai.Yoshitaka., Ooi. Kenta. 2000. "A New Type of Manganese Oxide ($\text{MnO}_2 \cdot 0.5\text{H}_2\text{O}$) Derived from $\text{Li}_1.6\text{Mn}_{1.6}\text{O}_4$ and Its Lithium Ion-Sieve Properties". **Chemistry of Materials**. 12, 3151- 3157.
- Dang, Vi-Duong., Steinberg, Meyer. 1977. "Preliminary Design and Analysis of Recovery of Lithium From Brine With The Use of a Selective Extractant". **13th Annual Forum on The Geology of Industrial Minerals 1977**. Oklahoma.
- Davies, Richard J., Mathias, Simon A., Swarbrick, Richard E. and Tingay, Mark J. 2011. "Probabilistic longevity estimate for the LUSI mud volcano, East Java". **Journal of the Geological Society** 168, 517–523.



- Etty, Marti Wigayati., Erfin, Yunda Febrianto., dan Andika, Fajar., 2008. "Pembuatan Senyawa LiMnO Untuk Elektroda Baterai Padat Lithium". **Jurnal Sains Materi Indonesia Edisi Khusus Desember 2008**, 201-204.
- Feng, Q., Miyai, Y., Kanoh H., and Ooi, K., 1992. "Lithium+ extraction/insertion with spinel-type lithium manganese oxides. Characterization of redox-type and ion-exchange-type sites" **Langmuir Vol. 8**, 1861.
- German, Randall M. 1984. **Powder Metallurgy Science**. (USA: Metal powder Industries Federation.)
- Harrison S., 2010. "Technologies for extracting valuable metals and compounds from geothermal fluids". **Presented for Geothermal Technologies Program 2010**.
- Jaskula. Brian W., 2013. "Lithium". **U.S. Geological Survey Mineral Commodity Summaries**, January 2013, 94-95.
- Kaplan, D. 1963. "A method for the production of lithium from Dead Sea brines". **Israel Journal of Chemistry** 1, p. 115.
- Kurniawan , Yusuf dan Lukman Noerochiem. 2014. "Pengaruh Variasi Temperatur Hidrotermal pada Sintesis Lithium Mangan Oksida (LiMn_2O_4) Spinel terhadap Efisiensi Adsorpsi dan Desorpsi Ion Lithium dari Lumpur Sidoarjo". Surabaya. **Jurnal Teknik Pomits** Vol. 3, No. 2
- Ning. Liancai., Wu. Jinping., Zhou. Chenggang., Yao. Shujuan., Pi. Zhenbang., Cheng. Hansong. 2007. "Influence Of Sequential Lithium Insertions On The Physical Properties Of Spinel Manganese Oxide". **International Journal of Quantum Chemistry**, Vol 107, 225–231.
- Nishihama, Syouhei., Onishi, Kenta., and Yoshizuka, Kazuharu. 2011. "Selective Recovery Process of Lithium from Seawater Using Integrated Ion Exchange Methods". **Solvent Extraction and Ion Exchange**, 29:421-431.
- Robert, (1981), "Physical Chemistry ". **Academic Press.**, USA



- Robertson, Alastair D., Bruce. Peter G. 2003. "Mechanism of Electrochemical Activity in Li_2MnO_3 ". **Chemistry of Materials**, 15, 1984-1992.
- Sapputra, Gede Panca Ady dan Lukman Noerochim. 2014. "Pengaruh Waktu Hidrotermal pada Proses Sintesis Lithium Mangan Oksida Spinel (LiMn_2O_4) Nanopartikel terhadap Efisiensi Adsorpsi dan Desorpsi Ion Lithium dari Lumpur Sidoarjo". Surabaya. **Jurnal Teknik Pomits** Vol. 3, No. 2
- Satriawangsa, Gita Akbar dan Lukman Noerochim. 2014. "Pengaruh Rasio Mol Li/Mn Pada Proses Preparasi Lithium Mangan Oksida Terhadap Kemampuan Adsorpsi Lithium Dari Lumpur Sidoarjo". Surabaya. **Jurnal Teknik Pomits** Vol. 3, No. 2
- Siame, E., Pascoe, R.D. 2011. "Extraction Of Lithium From Micaceous Waste From China Clay Production". **Minerals Engineering** Vol 24, Issue 14, 1595-1602.
- Sukardjo, (1985), "Kimia Anorganik". **Bina Aksara**. Jogjakarta
- Takinawa, Wataru., 2011. "The Mechanism of Overpressure Generation in The LUSI Mud Volcano". **E-Proceeding Symposium On Future Lusi**. Sidoarjo, 25-26 Mei 2011. BPLS.
- Umeno, A., Miyai, Y., Takagi, N., Chitrakar, R., Sakane, K., Ooi, K. 2002. "Preparation and adsorptive properties of membrane-type adsorbents for lithium recovery from seawater". **Industrial & Engineering Chemistry Research**. 41, 4187-4281.
- Wang. Lu., Ma. Wei., Liu. Ru., Yan Li. Hai., Gong Meng. Chang. 2006. "Correlation Between Li^+ Adsorption Capacity and The Preparation Conditions of Spinel Lithium Manganese Precursor". **Solid State Ionics**, 177, 1421-1428
- West, Anthony R., 1985. **Solid State Chemistry and Its Applications**. John Willey and Son.



Yan, Qunxuan., Li, Xinhai., Wang, Zhixin., Wu, Xifei., Wang, Jiexi., Guo, Huajun., Hu, Qiyang., Peng, Wenjie. 2012. "Extraction Of Lithium From Lepidolite By Sulfation Roasting And Water Leaching". **International Journal of Mineral Processing** Vol 110-111, 1-5.

Yoshinaga, Tetsutaro., Yanagase, Kenjiro., Kawano, Kentaro., Ueda, Yasuaki. 1982. "Recovery of Lithium From Geothermal Water in The Hatchobaru dan Ohtake Area In Kyushu". **Bulletin of The Chemical Society of Japan**, 01, 2490-2498.

LAMPIRAN

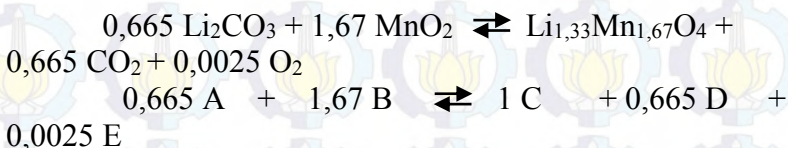
Perhitungan Stokiometri

Pada penelitian ini sintesis lithium mangan oksida spinel mengacu pada penelitian yang pernah dilakukan Gita Akbar (2012). Rasio mol Li/Mn yang digunakan disini adalah 0,8.

Ar Li = 7; Ar C = 12; Ar O = 16; Ar Mn = 55

LMO 0,8

Reaksi Kimia:



$$\text{Mr A: } (7 \times 2) + 12 + (16 \times 3) = 74$$

$$\text{Mr B: } (55 \times 2) + (16 \times 2) = 87$$

$$\text{Mr C: } (7 \times 1,33) + (55 \times 1,67) + (16 \times 4) = 165,16$$

Lithium Karbonat:

$$\frac{0,665}{1} = \frac{n \text{ A}}{n \text{ C}} = \frac{m \text{ A} / \text{Mr A}}{m \text{ C} / \text{Mr C}} = \frac{m \text{ A}}{\text{Mr A}} \times \frac{\text{Mr C}}{m \text{ C}}$$

$$\frac{0,665}{1} = \frac{m \text{ A}}{74} \times \frac{165,16}{100}$$

$$m \text{ A} = 29,79 \text{ gram}$$

Mangan Oksida:

$$\frac{1,67}{1} = \frac{n \text{ B}}{n \text{ C}} = \frac{m \text{ B} / \text{Mr B}}{m \text{ C} / \text{Mr C}} = \frac{m \text{ B}}{\text{Mr B}} \times \frac{\text{Mr C}}{m \text{ C}}$$

$$\frac{1,67}{1} = \frac{m \text{ B}}{87} \times \frac{165,16}{100}$$

$$m \text{ B} = 87,97 \text{ gram}$$



Perhitungan Lattice Parameter

$$a = \sqrt{(h^2 + k^2 + l^2) \times d^2}$$

h, k, l = Indeks Miller (didapat dari PDF-card reference dengan spacing yang sama dengan hasil pengujian)

d = Panjang d-spacing hasil pengujian (Å)

a = Unit cell parameter (Å)

LMO 500

Sebelum Acid Treatment

$$a = \sqrt{(3^2 + 3^2 + 1^2) \times 1,86788^2}$$

$$a = 5,95 \text{ Å}$$

Setelah Acid Treatment

$$a = \sqrt{(2^2 + 2^2 + 2^2) \times 2,42755^2}$$

$$a = 5,397 \text{ Å}$$

LMO 600

Sebelum Acid Treatment

$$a = \sqrt{(5^2 + 1^2 + 1^2) \times 1,56679^2}$$

$$a = 6,504 \text{ Å}$$

Setelah Acid Treatment

$$a = \sqrt{(3^2 + 3^2 + 1^2) \times 1,8622^2}$$

$$a = 5,95 \text{ Å}$$

LMO 700

Setelah Acid Treatment

$$a = \sqrt{(4^2 + 4^2 + 0^2) \times 1,43914^2}$$

$$a = 6,78 \text{ Å}$$

Setelah Acid Treatment

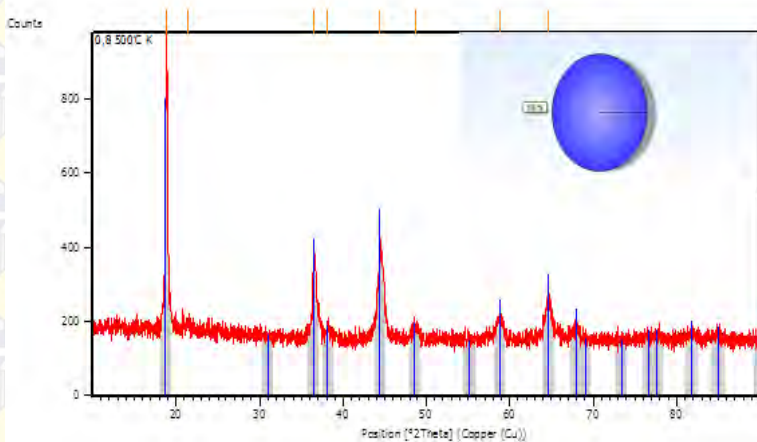
$$a = \sqrt{(5^2 + 1^2 + 1^2) \times 1,55092^2}$$

$$a = 6,47 \text{ Å}$$



Hasil Pengujian XRD Setelah Kalsinasi

LMO 500



Peak List: (Bookmark 3)

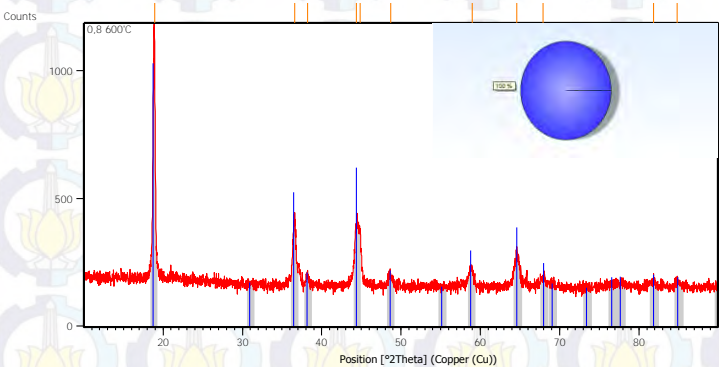
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
18.8404	792.59	0.0502	4.71021	100.00
21.4468	20.39	0.8029	4.14332	2.57
36.5275	211.74	0.2007	2.45998	26.72
38.1563	40.50	0.2676	2.35863	5.11
44.3954	229.71	0.2342	2.04058	28.98
48.7534	31.37	0.9368	1.86788	3.96
58.7827	57.85	0.8029	1.57086	7.30
64.6742	88.65	0.8029	1.44127	11.18



Pattern List: (Bookmark 4)

Visible	Ref. Code	Score	Compound Name	Displacement [°2Th.]	Scale Factor	Chemical Formula
*	01-088-0460	77	Lithium Manganese Oxide	-0.097	0.629	Li (Li0.17Mn0.83)2 O4

LMO 600



**Peak List:** (Bookmark 3)

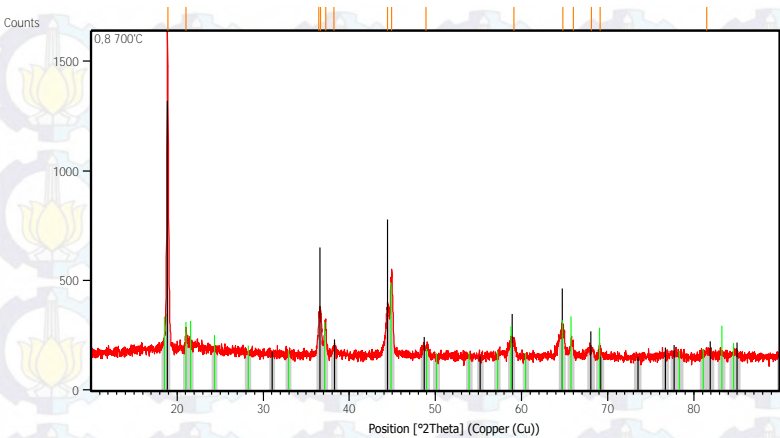
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
18.9140	932.18	0.2007	4.69205	100.00
36.5666	261.32	0.2676	2.45744	28.03
38.1942	41.46	0.3346	2.35638	4.45
44.3616	231.62	0.4015	2.04205	24.85
44.8302	210.96	0.2007	2.02179	22.63
48.7109	39.65	0.5353	1.86941	4.25
58.9507	75.82	0.4684	1.56679	8.13
64.5632	123.81	0.4684	1.44348	13.28
67.8857	21.56	0.5353	1.38070	2.31
81.8182	24.89	0.6691	1.17725	2.67
84.7861	21.48	0.6691	1.14346	2.30

Pattern List: (Bookmark 4)

Visible	Ref. Code	Score	Compound Name	Displacement [°2Th.]	Scale Factor	Chemical Formula
*	01-088-0460	82	Lithium Manganese Oxide	-0.111	0.554	Li (Li _{0.17} Mn _{0.83}) ₂ O ₄



LMO 700

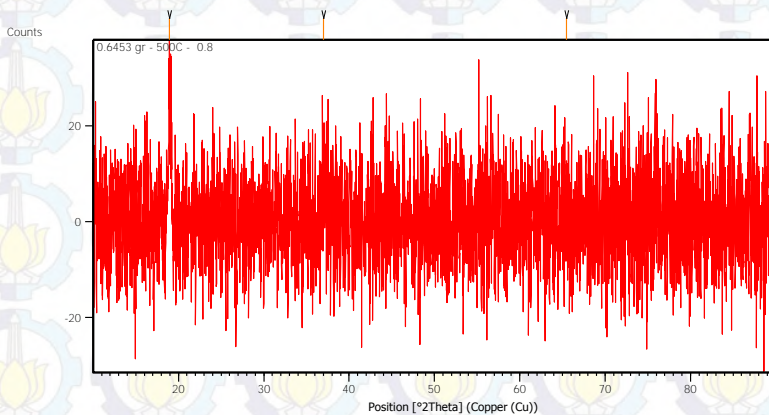


Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
18.9171	1285.88	0.1338	4.69129	100.00
21.0457	77.13	0.1004	4.22136	6.00
36.4761	180.05	0.1673	2.46333	14.00
44.4105	218.07	0.2007	2.03992	16.96
44.9238	380.29	0.3011	2.01780	29.57

**Pattern List:** (Bookmark 4)

Visible	Ref. Code	Score	Compound Name	Displacement [°2Th.]	Scale Factor	Chemical Formula
*	01-088-0460	49	Lithium Manganese Oxide	-0.013	0.586	Li (Li _{0.17} Mn _{0.83}) ₂ O ₄
*	00-018-0737	33	Lithium Manganese Oxide	0.030	0.170	Li ₂ MnO ₃

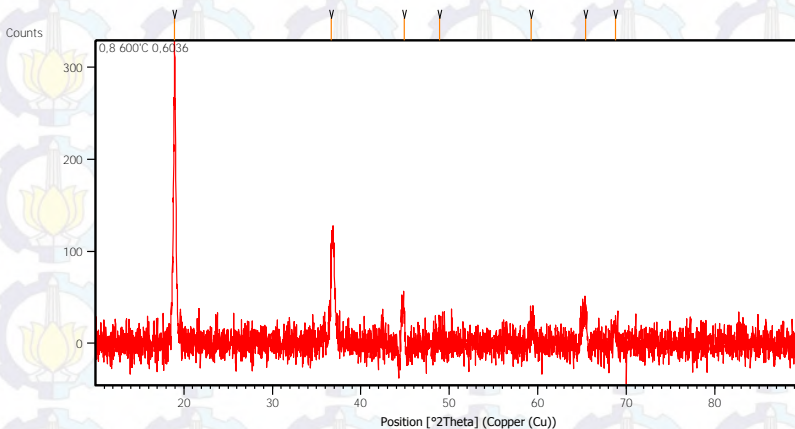
Setelah Acid Treatment**LMO 500**



Peak List: (Bookmark 3)

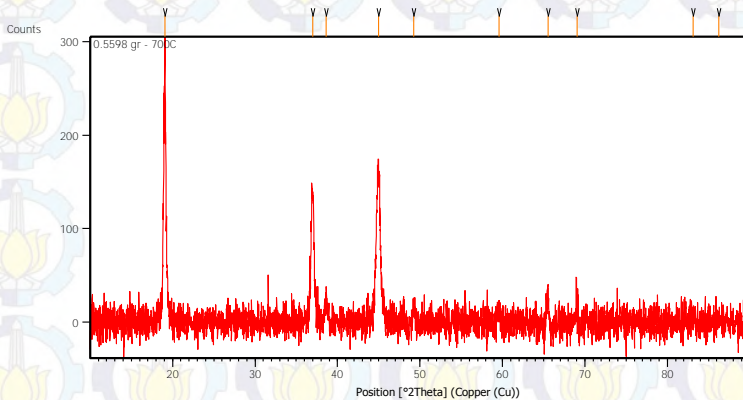
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
18.9715	40.60	0.2676	4.67795	100.00
37.0330	26.07	0.8029	2.42755	64.22
65.4798	11.30	0.8029	1.42548	27.84

LMO 600



Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
18.9600	318.98	0.0669	4.68075	100.00
36.6892	98.31	0.2342	2.44951	30.82
44.8873	105.69	0.2676	2.01935	33.13
48.9118	16.52	0.5353	1.86220	5.18
59.2674	26.96	0.6691	1.55917	8.45
65.4324	48.20	0.6691	1.42640	15.11
68.7705	25.02	0.5353	1.36508	7.84

**LMO 700****Main Graphics, Analyze View: (Bookmark 2)****Peak List: (Bookmark 3)**

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
19.0824	277.49	0.0669	4.65102	100.00
36.9782	141.20	0.3346	2.43103	50.89
38.6539	29.65	0.4015	2.32941	10.68
44.9490	164.24	0.4015	2.01672	59.19
49.2489	35.29	0.3346	1.85024	12.72
59.6145	41.28	0.6691	1.55092	14.88
65.5352	82.62	0.4684	1.42441	29.77
69.0396	31.55	0.3346	1.36042	11.37
83.1296	15.45	0.6691	1.16198	5.57
86.2672	12.90	0.8029	1.12759	4.65



Karakterisasi ICP

LAPORAN HASIL PENGUJIAN

Nama Pemilik	Wahyu Perdana K		
Alamat Pemilik	Teknik Material dan Metalurgi ITS		
Nama Contoh	Lithium Mangan Oksida	Tanggal Terima	07 Okt 2015
Deskripsi	Bentuk : Padat/Cair/Gas	Tanggal Pengujian	28 Okt 2015
Contoh	Volume : -	Tanggal Selesai Pengujian	02 Nop 2015
	Kemasan : Plastik	Jumlah Contoh	6 (enam)
Kode Contoh	EN-0040		

Menyatakan bahwa contoh tersebut di atas telah diuji di Laboratorium Energi – LPPM ITS

Hasil Pengujian

No.	Nama Contoh	Jenis Uji	Hasil	Satuan	Metode Pengujian
1	0,8 mol 500°C	Kandungan: Lithium	44.046,5	ppm	ICP-OES
2	0,8 mol 600°C		38.556,0		
3	0,8 mol 700°C		46.169,0		
4	1 mol 500°C		60.975,6		
5	1 mol 600°C		55.226,8		
6	1 mol 700°C		58.031,3		

Catatan:

1. Laporan Hasil Pengujian tidak boleh digandakan tanpa persetujuan tertulis dari Laboratorium Energi.
2. Hasil pengujian hanya berlaku untuk contoh yang diuji
3. Hasil pengujian ini tidak dapat digunakan sebagai alat bukti hukum.

**LAPORAN HASIL PENGUJIAN**

Nama Pemilik : Hadi Wijaya
Alamat Pemilik : Teknik Material dan Metalurgi
Nama Contoh : **Lithium Mangan Oksida**
Deskripsi : Bentuk : Padat/Cair/Gas
Contoh : Volume :
Kemasan : Botol
Kode Contoh : **ET-0883**
Tanggal Terima : 03 Nop 2015
Tanggal Pengujian : 17 Nop 2015
Tanggal Selesai Pengujian : 18 Nop 2015
Jumlah Contoh : 6 (enam)

Menyatakan bahwa contoh tersebut di atas telah diuji di Laboratorium Energi – LPPM ITS.

Hasil Pengujian

No.	Nama Contoh	Jenis Uji	Hasil	Satuan	Metode Pengujian
1	0,8 mol 500°C	Kandungan Lithium	1,33	% b/b	ICP-OES
2	0,8 mol 600°C		1,14		
3	0,8 mol 700°C		1,51		
4	1 mol 500°C		1,92		
5	1 mol 600°C		4,00		
6	1 mol 700°C		5,01		

Catatan:

1. Laporan Hasil Pengujian tidak boleh digandakan tanpa persetujuan tertulis dari Laboratorium Energi.
2. Hasil pengujian hanya berlaku untuk contoh yang diuji.
3. Hasil pengujian ini tidak dapat digunakan sebagai alat bukti hukum.

Mengetahui,
Manajer Teknis

Niniet Martianingsih, S.Si
NIPH. 914010019



LAPORAN HASIL PENGUJIAN

Nama Pemilik : Hadi Wijaya

Alamat Pemilik : Teknik Material dan Metalurgi

Nama Contoh : LiOH

Deskripsi : Bentuk : Padat/Cair/Gas

Contoh : Volume : -

Kemasan : Botol

Kode Contoh : EI-0901

Tanggal Terima : 12 Nop 2015

Tanggal Pengujian : 17 Nop 2015

Tanggal Selesai Pengujian : 18 Nop 2015

Jumlah Contoh : 6 (enam)

Menyatakan bahwa contoh tersebut di atas telah diuji di Laboratorium Energi – LPPM ITS

Hasil Pengujian

No.	Nama Contoh	Jenis Uji	Hasil	Satuan	Metode Pengujian
1	LiOH 1 500°C	Kandungan Lithium	79,5	ppm	ICP-OES
2	LiOH 1 600°C		71,0		
3	LiOH 1 700°C		81,5		
4	LiOH 0,8 500°C		76,4		
5	LiOH 0,8 600°C		77,3		
6	LiOH 0,8 700°C		83,5		

Catatan

1. Laporan Hasil Pengujian tidak boleh digandakan tanpa persetujuan tertulis dari Laboratorium Energi.
2. Hasil pengujian hanya berlaku untuk contoh yang diuji.
3. Hasil pengujian ini tidak dapat digunakan sebagai alat bukti hukum.

Mengetahui,
Manajer Teknis

Niniet Marlaningsih, S.Si
NIPN. 914010019



KEMENTERIAN RISET, TEKNOLOGI, DAN PENDIDIKAN TINGGI

INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
LEMBAGA PENELITIAN DAN PENGABDIAN MASYARAKAT

Gedung LPPM, Kampus ITS Sukolilo - Surabaya 60111
Telp : 031 - 5953759, 5938940, Fax : 031 - 5955793, PABX : 1404, 1405
<http://www.lppm.its.ac.id>

LAPORAN HASIL PENGUJIAN

Nama Pemilik : Hadi Wijaya
Alamat Pemilik : Teknik Material dan Metalurgi ITS
Nama Contoh : **LMO** Tanggal Terima : 01Des 2015
Deskripsi : Bentuk : Padat/Cair/Gas Tanggal Pengujian : 04 Des 2015
Contoh : Volume : - Tanggal Selesai :
Kemasan : Botol Pengujian : 07 Des 2015
Kode Contoh : **EI-0921** Jumlah Contoh : 6

Menyatakan bahwa contoh tersebut di atas telah diuji di Laboratorium Energi – LPPM ITS.

Hasil Pengujian

No.	Nama Contoh	Jenis Uji	Hasil	Satuan	Metode Pengujian
1	0,8 mol 500°C	Kandungan Lithium	0,98	ppm	ICP-OES
2	0,8 mol 600°C		0,92		
3	0,8 mol 700°C		0,94		
4	1 mol 500°C		1,00		
5	1 mol 600°C		0,94		
6	1 mol 700°C		0,92		

Catatan:





PT. Angler BioChem Lab
 Committed to Global Standard
 Independent Analytical Laboratory in Indonesia



 KAN
 Komite Akreditasi Nasional
 Laboratorium Pengujian
 LP - 514 - IDN
 ISO 17025:2005 Accredited

Certificate No. 156394-1 page 1 of 1 January 04, 2016

REPORT OF ANALYSIS

CLIENT : Hadi Widjaja
RECEIVED ON : December 31, 2015
TEST REQUIRED : Lithium Analysis
VOLUME RECEIVED : 200 milliliters sample liquid in package was submitted by client
DESCRIPTION OF SAMPLE : Adsoprsi 0.8 500°C
METHOD & EQUIPMENT :
 Analyzed by microwave digestion and Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS).
TEST RESULT :

Measurand	ppm (mg/L)
Lithium (Li)	5.84


Note :
 Precision of the analysis batch had been checked and fulfilled the declared Laboratory Quality Control Criteria
 (xxx) : (.) as character indicates decimal notation

KJU 15121752#1
 #CA-160104#10-LRT

This result related to the samples submitted only.

Laboratory Director

PT. Angler BioChem Lab
 INDONESIA
 Suwidji Wongso, Ph.D.


 AK0097639

Plaza Graha Family C - 25, Surabaya 60226, Indonesia • <http://www.anglerlab.com>
 Telp: +62-(0)31-734 4111 • Fax: +62-(0)31-734 2111 • Email: angler@sby.dnet.net.id • info@anglerlab.com



**PT. Angler BioChem Lab**
Committed to Global Standard
Independent Analytical Laboratory in Indonesia


ISO 17025:2005 Accredited

Certificate No. 156394-2 page 1 of 1 January 04, 2016

REPORT OF ANALYSIS

CLIENT : Hadi Widjaja
RECEIVED ON : December 31, 2015
TEST REQUIRED : Lithium Analysis
VOLUME RECEIVED : 200 milliliters sample liquid in package was submitted by client
DESCRIPTION OF SAMPLE : Adsorpsi 0.8 600°C
METHOD & EQUIPMENT :
Analyzed by microwave digestion and Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS).
TEST RESULT :

Measurand	ppm (mg/L)
Lithium (Li)	5.84

Note :
Precision of the analysis batch had been checked and fulfilled the declared Laboratory Quality Control Criteria.
(XXX) . | | as character indicates decimal notation

KJU 1512175242
#CA-160104#11-LRT

This result related to the samples submitted only.

Laboratory Director
PT. Angler
安格爾康
BioChem Lab
Suwidi Wongso, Ph.D.


AK0097640

Plaza Graha Family C - 25, Sursabaya 60226, Indonesia • <http://www.anglerlab.com>
Telp: +62-(0)31-734 4111 • Fax: +62-(0)31-734 2111 • Email: angler@sbj.dnet.net.id • info@anglerlab.com



PT. Angler BioChem Lab
Committed to Global Standard
Independent Analytical Laboratory in Indonesia



KAN
Komite Akreditasi Nasional
Laboratorium Pengujian
LP - 514 - IDN

ISO 17025:2005 Accredited

Certificate No. 156394-3

page 1 of 1

January 04, 2016

REPORT OF ANALYSIS

CLIENT : Hadi Widjaja
RECEIVED ON : December 31, 2015
TEST REQUIRED : Lithium Analysis
VOLUME RECEIVED : 200 milliliters sample liquid in package was submitted by client
DESCRIPTION OF SAMPLE : Adsoprsli 0.5 700°C
METHOD & EQUIPMENT :
Analyzed by microwave digestion and Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS).
TEST RESULT :

Measurand	ppm (mg/L)
Lithium (Li)	5.81

Note :

Precision of the analysis batch had been checked and fulfilled the declared Laboratory Quality Control Criteria.

(x.xx) : (.) as character indicates decimal notation

KJU 15121752#3
#CA-160106#12-LRT

This result related to the samples submitted only.

Laboratory Director



Suwidji Wongso, Ph.D.



AK0097641

Plaza Graha Family C - 25, Surabaya 60226, Indonesia • <http://www.anglerlab.com>
Telp: +62-(0)31-734 4111 • Fax: +62-(0)31-734 2111 • Email: angler@sby.dnet.net.id • info@anglerlab.com





PT. Angler BioChem
Committed to Global Standard
Independent Analytical Laboratory in Indonesia



ISO 17025:2005 Accredited

Certificate No. 156394-7 page 1 of 1 January 04, 2016

REPORT OF ANALYSIS

CLIENT : Hadi Widjaja
RECEIVED ON : December 31, 2015
TEST REQUIRED : Lithium Analysis
VOLUME RECEIVED : 200 milliliters sample liquid in package was submitted by client
DESCRIPTION OF SAMPLE : Larutan Lumpur Lapindo (Saring)
METHOD & EQUIPMENT :
Analyzed by microwave digestion and Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS).
TEST RESULT :

Measurand	ppm (mg/L)
Lithium (Li)	8.79

Note :
Precision of the analysis batch had been checked and fulfilled the declared Laboratory Quality Control Criteria
(LQC) : () as character indicates decimal notation

KJU 15121752W7
#QA-150104#19-LRT

This result related to the samples submitted only.

Laboratory Director



PT. Angler BioChem
Suwidji Wongso, Ph.D.



AK0097645

Plaza Graha Family C - 25, Surabaya 60226, Indonesia • <http://www.anglerlab.com>
Telp: +62-(0)31-734 4111 • Fax: +62-(0)31-734 2111 • Email: angler@sby.dnet.net.id • info@anglerlab.com



LAPORAN HASIL PENGUJIAN

Nama Pemilik : Wahyu Perdana K

Alamat Pemilik : Teknik Material dan Metalurgi ITS

Nama Contoh : Lumpur Lapindo

Deskripsi : Bentuk : Padat/Cair/Gas

Contoh : Volume : -

Kemasan : Botol

Kode Contoh : EL-0936

Tanggal Terima : 11 Des 2015

Tanggal Pengujian : 16 Des 2015

Tanggal Selesai Pengujian : 18 Des 2015

Jumlah Contoh : 6

Menyatakan bahwa contoh tersebut di atas telah diuji di Laboratorium Energi – LPPM ITS.

Hasil Pengujian

No.	Nama Contoh	Jenis Uji	Hasil	Satuan	Metode Pengujian
1	Desorpsi 1 500°C	Kandungan Lithium	4,20	ppm	ICP-OES
2	Desorpsi 1 600°C		5,31		
3	Desorpsi 1 700°C		6,29		
4	Desorpsi 0,8 500°C		2,72		
5	Desorpsi 0,8 600°C		2,48		
6	Desorpsi 0,8 700°C		2,76		

Catatan:

1. Laporan Hasil Pengujian tidak boleh digandakan tanpa persetujuan tertulis dari Laboratorium Energi.
2. Hasil pengujian hanya berlaku untuk contoh yang diuji.
3. Hasil pengujian ini tidak dapat digunakan sebagai alat bukti hukum.

Mengetahui,
Manajer Teknis

Niniet Mariaaningsih, S.Si
NIP. 914010019



JCPDS CARD

Name and formula

Reference code:

01-088-0460

Compound name:

Lithium Manganese Oxide

Empirical formula:

 $\text{Li}_{1.34}\text{Mn}_{1.66}\text{O}_4$

Chemical formula:

 $\text{Li}(\text{Li}_{0.17}\text{Mn}_{0.83})_2\text{O}_4$

Crystallographic parameters

Crystal system:

Cubic

Space group:

Fd-3m

Space group number:

227

a (Å):

8.1407

b (Å):

8.1407

c (Å):

8.1407

Alpha (°):

90.0000

Beta (°):

90.0000

Gamma (°):

90.0000

Volume of cell (10^6 pm^3):

539.49

Z:

8.00

RIR:

4.05

References

Primary reference:

Calculated from ICSD using POWD-12+ +

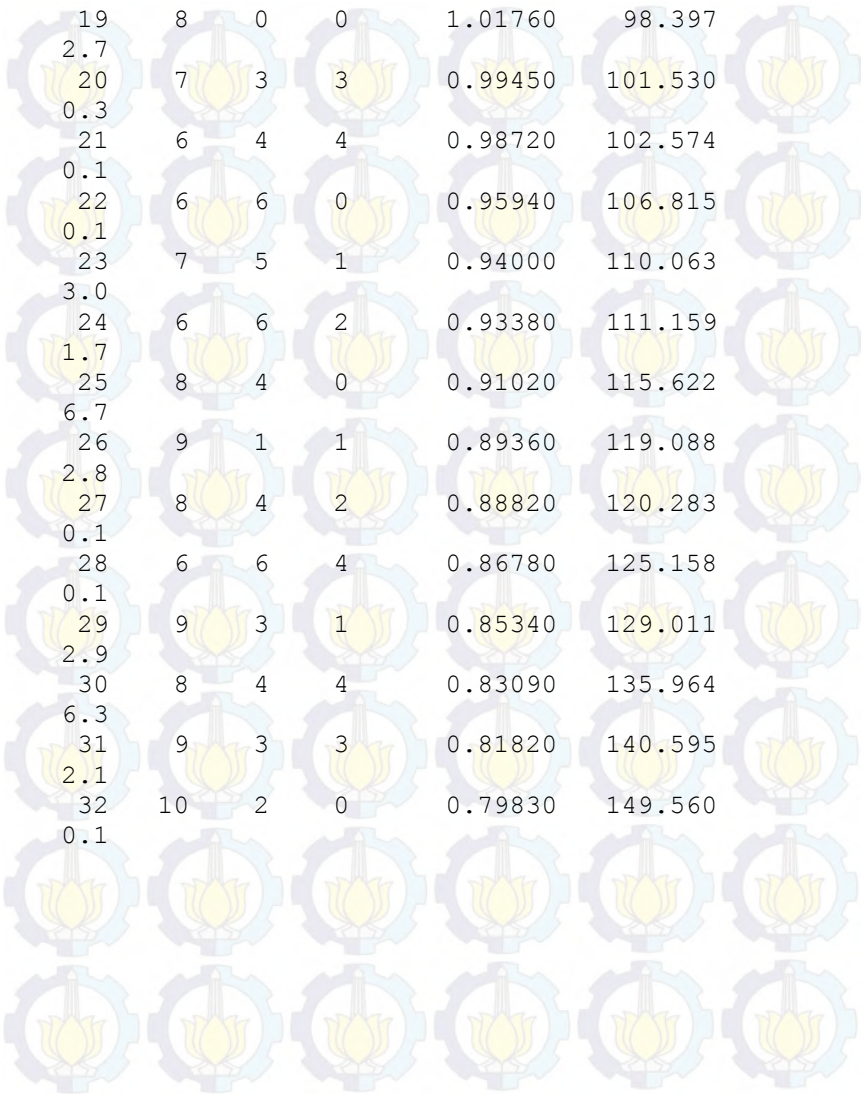
Structure:

Takada, T., Akiba, E., Izumi, F., Chakoumakos, B.C., *J. Solid State Chem.*, **130**, 74, (1997)



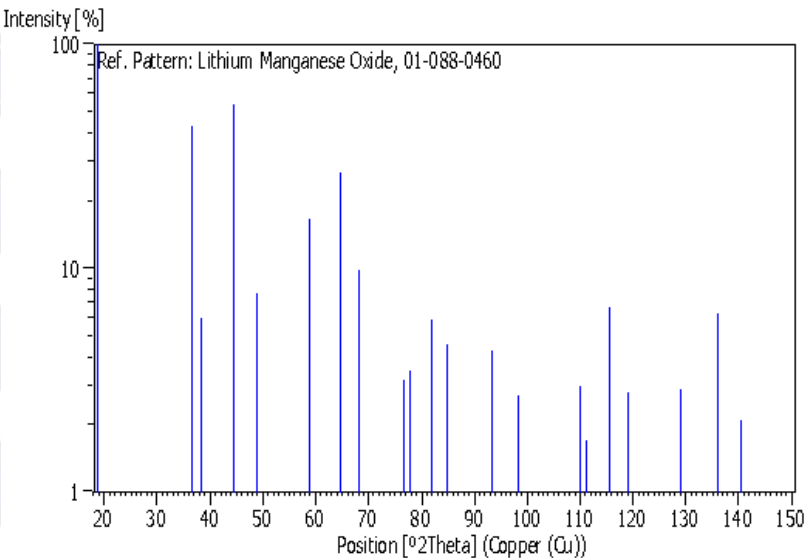
Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta [deg]	I
[%]						
1	1	1	1	4.70000	18.866	100.0
2	2	2	0	2.87820	31.047	0.7
3	3	1	1	2.45450	36.581	43.1
4	2	2	2	2.35000	38.269	6.0
5	4	0	0	2.03520	44.480	54.5
6	3	3	1	1.86760	48.718	7.7
7	4	2	2	1.66170	55.234	0.1
8	5	1	1	1.56670	58.901	16.6
9	4	4	0	1.43910	64.724	27.0
10	5	3	1	1.37600	68.085	9.9
11	4	4	2	1.35680	69.185	0.1
12	6	2	0	1.28720	73.515	0.1
13	5	3	3	1.24140	76.707	3.2
14	6	2	2	1.22730	77.752	3.5
15	4	4	4	1.17500	81.926	5.9
16	5	5	1	1.13990	85.027	4.6
17	6	4	2	1.08780	90.165	0.1





Stick Pattern



Name and formula

Reference code: 00-018-0737

Compound name: Lithium Manganese Oxide

Empirical formula: Li_2MnO_3

Chemical formula: Li_2MnO_3

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta [deg]	I [%]
1				4.79000	18.508	
45.0						
2				4.23000	20.985	
35.0						

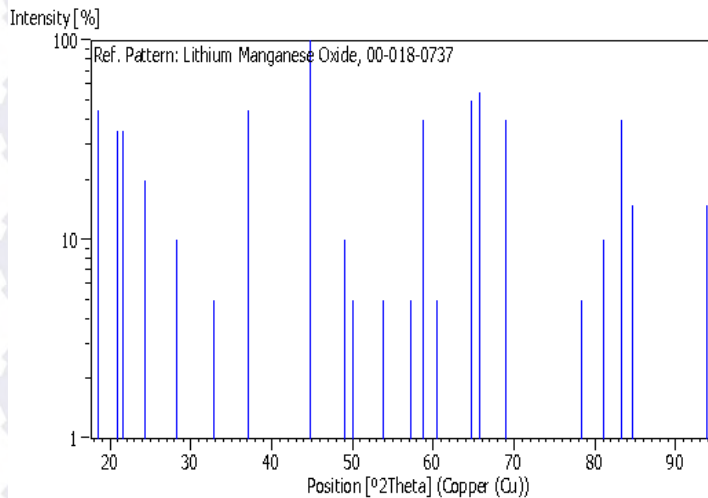


3	4.12000	21.552
35.0		
4	3.66000	24.299
20.0		
5	3.16000	28.218
10.0		
6	2.72000	32.902
5.0		
7	2.42000	37.121
45.0		
8	2.02000	44.833
100.0		
9	1.86000	48.930
10.0		
10	1.82000	50.079
5.0		
11	1.70000	53.888
5.0		
12	1.61000	57.168
5.0		
13	1.57000	58.765
40.0		
14	1.53000	60.459
5.0		
15	1.44000	64.678
50.0		
16	1.42000	65.703
55.0		
17	1.36000	68.999
40.0		
18	1.22000	78.306
5.0		
19	1.18500	81.090
10.0		
20	1.16000	83.219
40.0		
21	1.14500	84.560
15.0		
22	1.05500	93.797



15.0

Stick Pattern



BIODATA PENULIS



Penulis bernama lengkap Wahyu Perdana Kistiyanto dilahirkan di kabupaten Lumajang, 26 Mei 1994, merupakan anak pertama dari 2 bersaudara pasangan Ismangil dan Dwi Yuda S. Penulis menempuh pendidikan formal di Lumajang yakni TK Dharmawisata, SDN 1 Yosowilangun Lor, SMPN 1 Yosowilangun dan SMAN 2 Lumajang. Setelah lulus dari SMA tahun 2012. Penulis diterima menjadi mahasiswa di Jurusan Teknik Material dan Metalurgi FTI-

ITS dan terdaftar secara administrasi dengan NRP. 2712 100 075. Semasa perkuliahan, penulis aktif berorganisasi di Himpunan Mahasiswa Jurusan dan UKM ITS. Penulis juga pernah melaksanakan kerja praktek di PT ISPATINDO. Penulis menutup kuliah di kampus dengan Tugas Akhir berjudul **“Pengaruh Variasi Temperatur Kalsinasi Pada Sintesa Lithium Mangan Oksida Dengan Rasio Mol Li/Mn 0,8 Terhadap Kemampuan Adsorpsi Lithium Lumpur Sidoarjo”**.

Email : wahyuperdanakistiyanto@gmail.com
wyperdana@yahoo.com

Telepon : 085330174216



“Halaman ini sengaja dikosongkan”